

Orthobrombenzylcyanid, ein dunkelgefärbtes Oel, welches in einer Kältemischung nicht erstarrte.

Orthobromalphenylsäure, $C_6H_4 Br CH_2 COOH$, weisse, glänzende Schuppen, oder flache Nadeln, Schmelzpunkt $102.5-103^\circ$. Sie bildet ein sehr lösliches Calciumsalz, das in strahligen, wasserfreien Nadeln krystallisirt; das Bariumsalz ist ein Firniss.

Orthobrombenzylsulfoeyanat, $C_6H_4 Br CH_2 SCN$, ein bei niedriger Temperatur nicht erstarrendes Oel.

Das primäre Amin, $C_6H_4 Br CH_2 NH_2$, ist ein Oel, das ein bei 95° schmelzendes, kohlen-saures Salz, sowie ein bei 208° schmelzendes Chlorid bildet.

Das secundäre Amin, $(C_6H_4 Br CH_2)_2 NH$, schmilzt bei 36° , sein Chlorid bei 166° .

Die tertiäre Base, $(C_6H_4 Br CH_2)_3 N$, schmilzt bei 121.5° und liefert mit Chlorwasserstoffsäure kein wohlcharakterisirtes Salz.

Harward-Universität, Cambridge, V. S. Amerika, 1. Juni 1880.

307. L. von Babo: Ueber einen Explosionsofen.

(Eingegangen am 14. Juni; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. W. Hofmann.)

Seitdem die Reaktionen in zugeschmolzenen Glasröhren in hohen Temperaturen und unter starkem Druck so viele interessante Resultate geliefert haben, wird die Vervollkommnung der Apparate hierzu ein dringendes Bedürfniss.

Ein guter Explosionsofen soll folgenden Anforderungen entsprechen:

1) Er muss ermöglichen, mehrere Röhren in den üblichen Dimensionen auf Temperaturen zu erhitzen, welche sich dem Siedpunkt des Quecksilbers nähern und es müssen hiebei die einzelnen Röhren möglichst gleichmässig erhitzt werden.

2) Die angewendeten Temperaturen müssen annähernd gemessen werden können, wenigstens muss der Apparat so eingerichtet sein, dass ein gewisses Maximum nicht überschritten wird.

3) Findet Explosion einer Röhre statt, so dürfen die andern möglichst wenig in Mitleidenschaft gezogen werden; ebensowenig darf hiedurch eine Gefahr für den Experimentator entstehen.

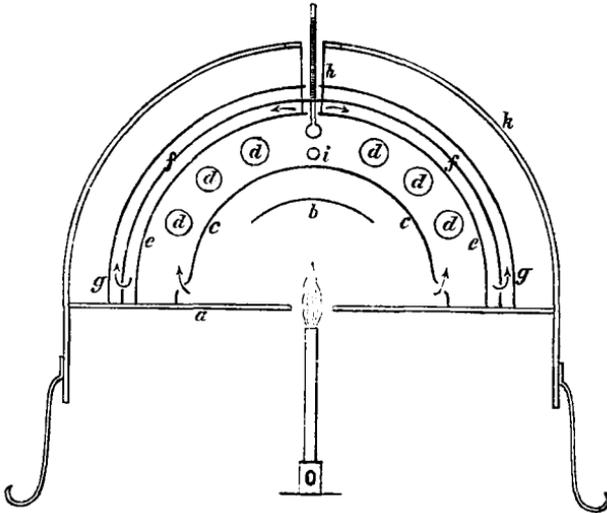
4) Es soll dabei der Gasverbrauch ein möglichst geringer sein und die Temperatur im Ofen darf durch die überall vorkommenden Schwankungen im Gasdruck keine wesentliche Veränderungen erleiden.

Da keiner der mir bisher bekannt gewordenen Apparate diesen Anforderungen entspricht, namentlich aber die nicht zu vermeidenden

Ueberschreitungen der gewünschten Temperatur grosse Verluste an Röhren und Material herbeiführten, möge in Folgendem ein Explo-sionsofen beschreiben werden, welcher die angedeuteten Missstände vermindert und sich in unserm Laboratorium sehr gut bewährt hat.

Sechs an beiden Seiten offene eiserne Röhren (Gasleitungsrohren) von üblicher Weite und Wandstärke liegen in einem Halbkreis in dem aus Eisenblech ausgeführten Ofen (Fig. 1).

Fig. 1.



Dieser besteht, wie aus der schematischen Zeichnung zu ersehen ist, aus einer 3 — 4 mm dicken Bodenplatte *a*, auf welcher 4 aus 2 mm dicken Blech gebogene, eiserne, halbkreisförmige Gewölbe aufsitzen, welche durch die 3 mm starken Endplatten abgeschlossen sind.

Unter das innerste Gewölbe treten durch vier in der Längsachse der Bodenplatte angebrachte 3 bis 4 cm weite Oeffnungen die Brennerflammen, werden aber oben durch einen Schirm *b* an direktem Anprallen an dem Gewölbe gehindert. Dieses Gewölbe ist oben geschlossen und steht mit dem Folgenden nur durch seitlich nahe dem Boden angebrachte 1 cm weite Schlitze in Verbindung, so dass die Verbrennungsgase nur hier in den Raum zwischen dem ersten und zweiten Gewölbe eintreten können. In dem Zwischenraum zwischen dem ersten und zweiten Gewölbe liegen die sechs eisernen Röhren in einem Abstand von 5 mm von jeder Gewölbeplatte. Das zweite Gewölbeblech *e* ist unten abgeschlossen und steht mit dem Raum zwischen diesem und dem dritten nur durch oben in der Längs-

achse angebrachte Schlitz in Verbindung. Dieses dritte Gewölbeblech *f*, in einem Abstand von 1 cm vom zweiten, ist oben geschlossen und hat die Schlitz zur Verbindung mit dem 1 cm weiten Raum zwischen dem dritten und vierten unten. Letzteres *g* ist unten geschlossen und hat die Schlitz oben. Die Verbrennungsgase werden also gezwungen, aus dem innersten Raum unten in den zweiten zu treten, hier die Röhren zu umspülen, oben in den dritten überzugeben, dann wieder unten in den vierten zu gelangen, um aus diesem durch die oberen Schlitz zu enweichen. In der Mitte des Ofens kann durch eine passend angebrachte Röhre *h* das Thermometer mit seiner Kugel und unter dieser der unten zu beschreibende Thermoregulator in den Raum *i* zwischen den eisernen Röhren eingeführt werden.

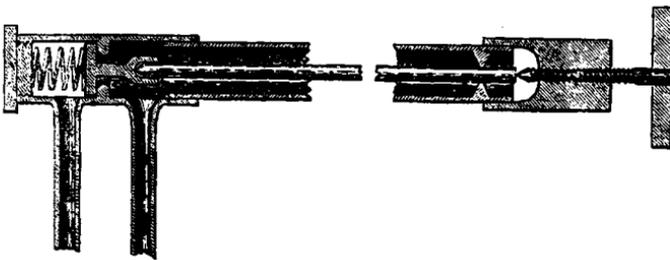
Der Ofen steht in einer Hülle, welche ebenfalls halbkreisförmig aus 5 mm starkem Eisenblech hergestellt ist und im Innern geeignete Träger für den eigentlichen Apparat besitzt. Sie ist unten offen und wird von Füßen getragen, die das seitliche Darunterstellen der Brenner- vorrichtung gestatten. Oben 20 cm länger als der Ofen, wird sie an ihren Enden durch dachförmige, 5 mm dicke Thüren, welche durch Riegel festgedrückt werden können, abgeschlossen. Durch diese Ein- richtung des Ofens wird bewerkstelligt, dass die Temperatur im Innern möglichst gleichmässig wird, dass ferner die Wärme so vollständig als möglich ausgenutzt wird und endlich, dass der Ofen ohne Gefahr für den Experimentator in jedem Lokal, in welchem hinreichender Abzug für die bei einer Explosion entstehenden Dämpfe stattfindet, aufgestellt werden kann¹⁾, da alle Glasstücke durch die dachförmigen Thüren gegen den Boden geschleudert werden.

Die Temperatur wird in dem Ofen durch einen Thermoregulator so vollständig gleich erhalten, dass sie bei wechselndem Gasdruck, wenn sie einmal festgestellt ist, nur um 3 — 4 Grade variirt und selbst dann wieder gleichmässig hergestellt wird, wenn man den Ofen erkalten lässt und die Brenner wieder anzündet. Dieser Regulator (Fig. 2) besteht aus einer Kupferröhre, welche zwischen den eisernen Röhren unmittelbar unter der Thermometerkugel durch den Ofen gesteckt ist. An das eine Ende der Röhre sind die Gaszu- und -ableitungsröhren seitlich angelöthet. Zwischen diesen befindet sich ein Ventil, welches, durch eine Spiralfeder vom Ende der Röhre gegen einen Ring gepresst, einen Verschluss zwischen der Gaszu- und -ableitungsröhre bedingt, so dass kein Gas hindurch gehen kann, wenn das Ventil nicht durch einen Druck von der Seite der Kupfer- röhre aus geöffnet wird. Durch die Kupferröhre ist ein an dem Ventil mit dem einen Ende anstossender Glasstab gesteckt, dessen anderes

¹⁾ In unserem Laboratorium befindet sich der Explosionsofen in einem im Hofe aufgestellten Schranke.

Ende durch eine Mikrometerschraube verstellbar ist. Wird dieser Glasstab durch die Schraube an das Ventil angedrückt, so kann das Gas um so reichlicher durch dieses gehen, je stärker dieser Druck ist. Eine Veränderung des Drucks muss ferner eine um so grössere Wirkung auf die Aenderung des Gasdurchgangs haben, je grösser der Durchmesser der Ventilöffnung ist. Diese Veränderung des Drucks des Glasstabs auf die Ventilplatte wird in dem Thermoregulator durch die ungleiche Ausdehnung des Kupfers und Glases durch die Wärme bedingt, so dass, wenn man eine Temperatur an dem Thermometer abgelesen hat und nun die Mikrometerschraube so stellt, dass die Flammen, welche bis dahin entsprechend dem allgemeinen Gasdrucke vollbrannten, dadurch verkleinert werden, die Temperatur sinkt, bis ein Gleichgewicht zwischen der Temperatur des Ofens und der Grösse der Flammen hergestellt ist. Man kann daher auf jede beliebige Temperatur einstellen, und diese einmal bestimmte Temperatur kann nicht überschritten werden, da sonst die Flammen verlöschen würden. Der bei unserem Ofen angewendete Thermoregulator hat eine Ventilöffnung von 1 cm. Würde man die Oeffnung noch weiter wählen, so könnte die Empfindlichkeit beliebig gesteigert werden, jedoch hätte dies den Nachtheil, dass der Regulator bei Explosion der oberen Röhren mehr exponirt wäre.

Fig. 2.



Führt die Gasleitung dem Regulator so viel Gas zu, als einer der bekannten Bunsen'schen Vierbrenner verzehrt, so lässt sich die Temperatur leicht constant auf 300° C. einstellen.

Aus dem Thermoregulator tritt das Gas durch eine Kautschuckröhre in die Brennervorrichtung. Diese besteht aus einer horizontal liegenden T-Röhre, in deren einen Schenkel in der Mitte eine grosse Bunsen'sche Brennröhre eingefügt ist. Das hier mit der Luft gemischte Gas tritt dann durch vier senkrechte Röhren aus und kann hier entzündet werden, wodurch eine grössere Gleichmässigkeit in der Wirkung der vier Flammen erzielt wird, als wenn jede eine Luftmischungsvorrichtung hätte.

Schliesslich bemerke ich, dass der in Vorstehendem beschriebene Apparat, abgesehen von Thermoregulator und Brennern von Hrn. Schlossermeister Strack hier, Verfertiger feuerfester Schränke, zu meiner Zufriedenheit ausgeführt wurde, und auf Bestellung durch ihn bezogen werden kann. Den Thermoregulator verfertigt Werkführer Julius Ball, Fabrik Neurod (Ettlingen).

Freiburg i. B., im Juni 1880.

308. A. W. Hofmann: Zur Kenntniss des Amidophenylmercaptans oder Sulphydranilins.

[Aus dem Berl. Univ.-Laborat. CCCCXXXI; vorgetragen vom Verfasser.]

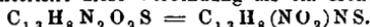
Eine Reihe aromatischer den Senfölen und Sulfoeyanaten isomerer Basen, welche ich am Schlusse des verflossenen und zu Anfang dieses Jahres beschrieben habe ¹⁾, gruppirt sich naturgemäss um das Amidophenylmercaptan, sodass es erwünscht erscheint, diesen Namen an die Spitze eines Aufsatzes zu stellen, in welchem ich weitere im Anschluss an die früheren Beobachtungen gesammelte Erfahrungen mittheilen will.

Nachdem der Versuch unzweifelhaft festgestellt hatte, dass das Benzenylderivat des Amidophenylmercaptans sowohl durch die Einwirkung der Benzoësäure oder eines geeigneten Abkömmlings derselben auf dieses, als auch durch Behandlung des Phenylbenzamid mit Schwefel ²⁾ erhalten werden könne, war vor Allem die Frage zu be-

¹⁾ Hofmann XII, 2359 u. XIII, 1.

²⁾ Bei mehrfacher Darstellung dieser schönen Verbindung in letzter Zeit, hat es sich gezeigt, dass eine kleinere Menge Schwefel sich vortheilhaft erweist, als früher verwendet wurde. Es empfiehlt sich ein Gemenge von 1 Th. Schwefel und 3 Th. Phenylbenzamid — früher wurden auf 1 Th. Schwefel nur 2 Th. Phenylbenzamid genommen — mehrere Stunden zu erhitzen und alsbald direct zu destilliren. Das Destillat braucht alsdann zur Entfernung kleiner Mengen von Phenylbenzamid nur noch in concentrirter Salzsäure gelöst zu werden; aus der filtrirten Flüssigkeit scheidet sich der Körper auf Zusatz von Alkali in vollkommener Reinheit ab. 100 Th. Phenylbenzamid liefern zum wenigsten 60 Th. der Schwefelverbindung.

Noch mag hier, da ich auf die Benzenylverbindung kaum wieder zurückkommen werde, kurz bemerkt werden, dass dieselbe ohne zu zerfallen die mannichfaltigsten Veränderungen erleidet. Rauchende Salpetersäure allein übt keine Wirkung, mit einer Mischung aber von rauchender Salpetersäure und concentrirter Schwefelsäure nitriert sie sich leicht. Das Nitroproduct fällt auf Zusatz von Wasser zunächst als Oel, welches aber bald krystallinisch erstarrt. Aus heissem Alkohol werden hellgelbe Nadeln erhalten, welche bei 188° schmelzen. Eine Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmung charakterisirt diese Verbindung als ein Mononitroderivat



	Theorie	Versuch
Kohlenstoff	60.94	60.92
Wasserstoff	8.12	3.30.

Es ist nicht untersucht worden, in welchem Theile des Körpers die Nitri rung stattgefunden hat. Die Nitrogruppe lässt sich mit Leichtigkeit reduciren; die