

sirende Verbindung. Da wir ausser Chinolin und Chinaldin keine weiteren Basen in dem bei 235—240° siedenden Theerchinolin nachzuweisen vermochten, so ergab sich der Schluss, dass zur Bildung des Chinolinroths die gleichzeitige Anwesenheit von Chinolin und Chinaldin erforderlich ist. In der That haben wir durch Behandeln eines Gemenges von künstlichem Chinolin und künstlichem Chinaldin mit Benzotrichlorid einen Farbstoff erhalten, der nach seinen Eigenschaften identisch mit dem aus Theerchinolin dargestellten Chinolinroth zu sein scheint. Aehnliche rothe Farbstoffe mit charakteristischer feuergelber Fluorescenz der Lösung erhält man auch, wenn man statt des Chinolins seine im Benzolkern substituirtten Homologen mit Chinaldin und Benzotrichlorid erhitzt.<sup>1)</sup> Die Darstellung dieser Farbstoffe gelingt jedoch nur dann gut, wenn die betreffenden Basen im völlig reinen Zustande angewandt werden. Namentlich muss das künstliche Chinaldin, welchem gewisse Verunreinigungen hartnäckig anhaften, von diesen durch gründliche Reinigung, am besten durch Ueberführung in das chromsaure Salz, befreit werden, bevor es zur Bildung von Chinolinroth geeignet ist. Wir gehen auf diese Farbstoffe hier nicht weiter ein, weil Herr Prof. A. W. Hofmann die Resultate seiner Untersuchung voraussichtlich bald mittheilen wird.

Berlin, April 1883.

### 219. Lothar Meyer: Ueber Luftbäder.

(Eingegangen am 15. April; verlesen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Die in den Laboratorien allgemein benutzten Luftbäder der verschiedensten Formen leiden fast ausnahmslos an den Fehlern, dass

- 1) ihre Temperatur oben und unten verschieden,
- 2) mit der Zeit veränderlich,
- 3) nur bis zu einer mässigen Höhe zu steigern ist, und
- 4) zur Unterhaltung einen unverhältnissmässig hohen Aufwand von Gas erfordert.

Diesen Uebelständen lässt sich durch einige kleine Kunstgriffe leicht abhelfen, die zwar nicht neu, noch auch unbekannt, jedoch durchaus nicht allgemein beachtet sind, weshalb ich glaube, keine Eulen nach Athen zu tragen, wenn ich sie mit einigen Worten den Fachgenossen empfehle.

Gleichförmigkeit der Temperatur im ganzen, selbst ziemlich grossen, Raume ist dadurch zu erzielen, dass man nie

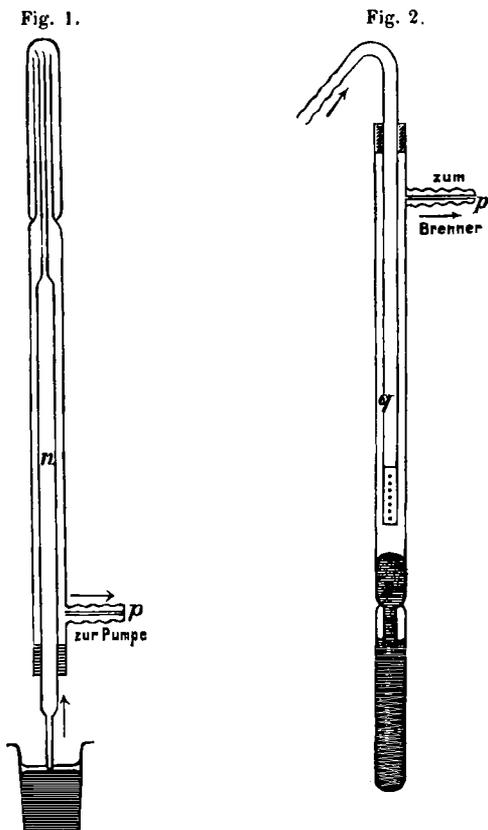
<sup>1)</sup> Auch reines Benzalchlorid liefert, wie wir gefunden haben, mit Chinolin und Chinaldin erhitzt einen ähnlichen Farbstoff.

von unten, sondern nur von der Seite und von oben erhitzt, auch die Flamme nirgendwo das Metall unmittelbar berühren lässt, sondern den zu erwärmenden Raum nur mit den mit möglichst wenig überschüssiger Luft gemischten heissen Verbrennungsprodukten der Flamme in der Art umgiebt, dass diese in dreifacher Schicht, von aussen nach innen strömend, ihn ringsum einhüllen, und die äusserste, heisseste Schicht durch einen Mantel aus schlechten Wärmeleitern vor allzu grossen Verlusten geschützt wird.

Gleichförmigkeit in der Zeit lässt sich für Luft-, Wasser- und andere Bäder nach meiner Erfahrung am schärfsten durch einen nach dem von *Andrae*<sup>1)</sup> empfohlenen Princip construirten Regulator erreichen, welcher in einem kleinen durch Quecksilber abgesperrten Luftraume eine kleine Quantität einer wenig unterhalb der nicht zu überschreitenden Temperatur siedenden Flüssigkeit enthält. Statt der von *Andrae* benutzten habe ich die bequemere Form des von *Bunsen* verbesserten *Kemp'schen* Regulators angewandt, den ich ganz aus Glas, nur das untere Ende des Zuleitungsrohres aus durchlöcherter Platinblech, herstellen lasse. Um ihn zu füllen, ersetze ich das Zuleitungsrohr durch ein an beiden Enden ausgezogenes, bis in die Kammer des Regulators reichendes Glasrohr *n*, verbinde den Seitenansatz *p* mit der Wasserluftpumpe, kehre den Regulator um und tauche das Ende des ausgezogenen Rohres einen Augenblick in die einzubringende Flüssigkeit, dann in Quecksilber, bis die Kammer nahezu, aber noch nicht ganz gefüllt ist (s. Fig. 1). Alsdann wird der Apparat aufgerichtet, ein wenig Quecksilber nachgegossen und das Zuleitungsrohr *q* eingesetzt (s. Fig. 2). Beim Gebrauche wird letzteres zunächst in die Höhe gezogen und, sobald das Luftbad der gewünschten Temperatur nahe kommt, mit seinem unteren Ende bis in das Quecksilber eingeschoben, so dass die Gaszufuhr auf ein Minimum beschränkt wird. Durch vorsichtiges Schieben lässt sich leicht die Stellung finden, in welcher die Spannung des in der Kammer entwickelten Dampfes das Quecksilber gerade so weit empodrückt, dass bei der richtigen Temperatur die untere Oeffnung des Gaszuleitungsrohres eben gesperrt wird. Da das Luftbad sich sehr langsam abkühlt, aber rasch erwärmt, ist es zweckmässig, den Regulator zunächst auf eine etwas zu niedrige Temperatur einzustellen.

Zweckmässig lässt man sich eine grössere Zahl solcher Regulatoren blasen, beschickt sie mit Stoffen, deren Siedpunkte ungefähr 30° auseinander liegen, und hebt sie in einem passenden, dem für Probcylinder ähnlichen, Gestelle der Reihe nach geordnet zum Gebrauche auf. Geeignete Stoffe sind für Wasserbäder: Chloräthyl, Aether,

<sup>1)</sup> Wied. Ann. 1878, 4, 614.



Schwefelkohlenstoff, Gemische aus Aether und Alkohol, reiner Alkohol oder Benzol, ferner für Luftbäder: Wasser, Toluol, Xylol oder Amylalkohol, Cumol oder Terpentinöl, Anilin oder Phenol, Naphtalin, Diphenyl oder Diphenylmethan, Diphenylamin und allenfalls noch Anthracen. Reinheit der Stoffe ist nicht erforderlich; die bei gewöhnlicher Temperatur starren sind sogar im unreinen Zustande bequemer, da sie niedriger schmelzen, und Stoffe von hohem Schmelzpunkte ungeeignet sind. Von starren Körpern darf man nur sehr wenig einbringen, da der Ueberschuss herausdestillirt und die Gasleitungsröhre verstopft. Für Temperaturen über dem Siedpunkte des Quecksilbers empfiehlt sich der v. Babo'sche Regulator <sup>1)</sup>.

Fig. 3—5 zeigt das von mir gewöhnlich benutzte, aus vier concentrischen Kupferblechcylindern zusammengesetzte Luftbad, zu verschiedenen Zwecken hergerichtet, Fig. 3 als Trockenkasten, Fig. 4 zur Destillation von Stoffen, die sich an der erhitzten Glaswand leicht

<sup>1)</sup> Diese Berichte XIII, 1221.

Fig. 3.

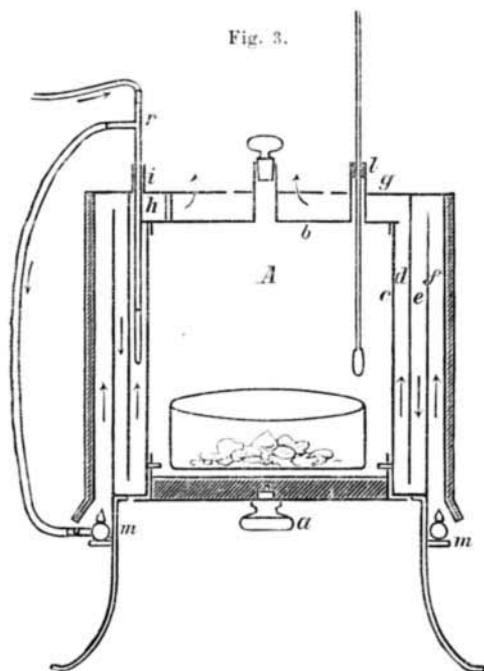
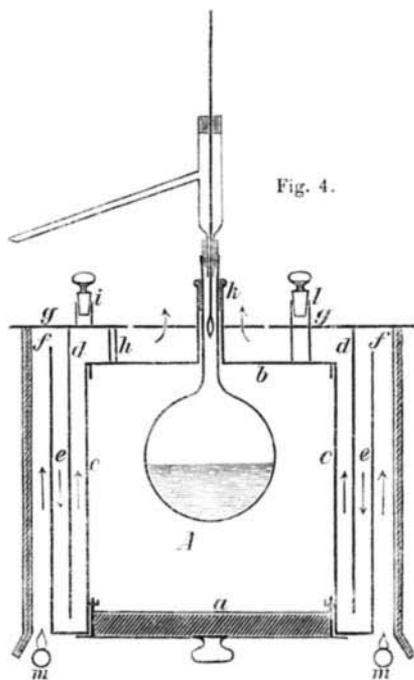


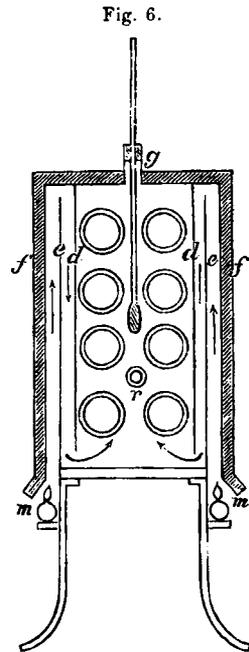
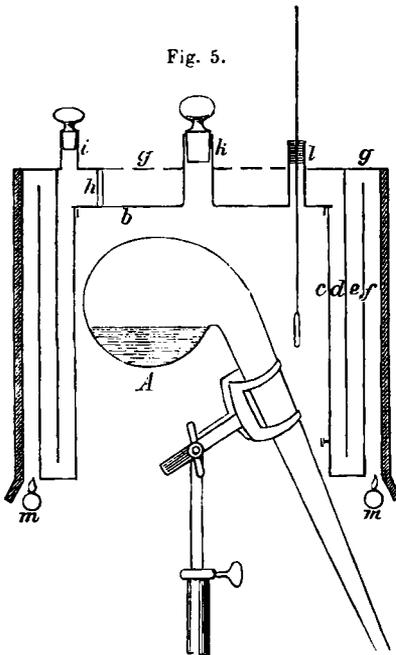
Fig. 4.



zersetzen, Fig. 5 zur trockenen Destillation von Stoffen, welche nicht über eine bestimmte Temperatur erhitzt werden sollen, wie z. B. Citronensäure für die Darstellung von Aconitsäure u. dergl.

Der innerste Cylinder umschliesst den zu erhitzenden Raum *A*, welcher unten durch den mit Bajonetverschluss einzusetzenden doppelten Boden *a*, oben durch den aufgesetzten doppelt tubulirten Deckel *b* verschlossen werden kann. Dieser Deckel *b* trägt drei Träger *h* (von denen einer gezeichnet), auf welchen der zweite Deckel *g* ruht, der den Tubus *i* für den Regulator *r* trägt, von zwei Löchern für die Tuben *k* und *l* von *b* und von in zwei concentrischen Kreisen stehenden kleinen Löchern für den Durchtritt der Heizgase durchsetzt wird. Mit diesem Deckel *g* sind die beiden Cylinder *d* und *f* fest verbunden, während *e* mit *c* unten zusammenhängt und mit ihm von drei Füßen getragen wird. Der Apparat lässt sich daher ganz zerlegen. Die Heizung geschieht durch den mit regulirbarem Luftzutritt versehenen, an den drei Füßen des Apparates befestigten weiten Messingring *mm*, in welchen in Abständen von 3 cm Löcher von 2—3 mm Durchmesser gebohrt sind. Die aus diesen hervortretenden Flämmchen brennen sehr ruhig und lassen sich vorzüglich reguliren. Mit dem Gasaufwand, welchen ein gewöhnlicher kleiner, für einen einzigen Bunsen'schen Brenner bestimmter Gashahn liefert, lässt sich der etwa 5 L haltende Raum *A* sehr leicht auf und sogar über 300° C. erhitzen, selbst wenn er unten offen bleibt. Um dies zu erreichen ist es aber wesentlich, dass die Zwischenräume zwischen den einzelnen Cylindern, durch welche die Flammengase circuliren, nicht weiter als etwa 10 mm sind, und dass der äusserste Cylinder *f* noch einen Schutzmantel aus einem schlechten Wärmeleiter erhält. Ich umgebe ihn entweder mit einem nicht dicht anliegenden Cylinder von Asbestpappe, so dass ein luft-erfüllter Raum zwischen beiden bleibt, der oben natürlich abgeschlossen werden muss; oder ich lasse den Cylinder *f* doppelt machen und den Zwischenraum mit Kieselguhr oder Schlackenwolle ausfüllen. Beide Methoden haben sich gut bewährt. Nach demselben Princip ist auch das schon vor drei Jahren in diesen Berichten (XIII, 991) kurz erwähnte Luftbad construirt, in welchem ich die Dampfdichtebestimmungen nach Victor Meyer vornehmen lasse.

Zum Erhitzen von Röhren dient der Fig. 6 im Querschnitt abgebildete Ofen, dessen Einrichtung aus der Zeichnung leicht verständlich ist. Das wesentliche ist auch hier, dass die Kanäle, durch welche die warme Luft circulirt, sehr eng sind, kaum 1 cm weit. Die acht in Ofen liegenden Eisenrohre durchsetzen die kurzen Wände derselben. Letztere sind nicht doppelt, jedoch überdeckt mit je einer nach oben aufzuschlagenden Klappe aus Eisenblech, welche mit ihren Rändern der Wand möglichst nahe anliegt, von den offenen Enden der Rohre jedoch etwas absteht. Explodirt ein Glasrohr, so werden die Trümmer



desselben von der lose hängenden Klappe aufgefangen. Zwischen den Eisenrohren lässt sich ein Babo'scher Regulator *r*, Fig. 6, anbringen. Die Heizgase treten, nachdem sie diesen und das Thermometer umspült, durch Löcher im Deckel *g* aus. Letzterer bildet mit den Seitenwänden *f f* zusammen ein einziges Stück, das sich abheben lässt, so dass das Innere des Ofens vollkommen zugänglich ist. Dies ist für die Haltbarkeit wichtig, damit der Lack erneuert oder etwa gebildeter Rost leicht beseitigt werden kann.

Variationen der Form dieser Luftbäder für besondere Zwecke wird sich jeder leicht selbst ausdenken. Wichtig ist nur, dass die Heizgase stets in dreifacher Schicht den zu erwärmenden Raum umspülen, dass die heisseste aussen liegt und dass die Kanäle für möglichst wenig überschüssige Luft Raum geben. In den oben austretenden Gasen muss ein glimmender Spahn verlöschen. Um bei kleinen Flammen den unnöthigen Zug zu mindern, kann man auf den die Austrittsöffnungen enthaltenden Deckel ein Blech legen, in welches dieselben Oeffnungen gebohrt sind, und durch Verschiebung desselben die Oeffnungen mehr oder weniger verschliessen. Bei richtig gewählten Verhältnissen ist aber dies kaum erforderlich.

Von Mechaniker Edmund Bühler hier können Luftbäder der beschriebenen Formen bezogen werden.

Tübingen, 13. April 1883.