

Nitronaphtalin oder das bei 88.5° (corr.) schmelzende Nitrochinolin aus synthetischem Chinolin (gefunden 16.15 N; berechnet 16.09) durch Natriumamalgame oder Zinkstaub und Alkali in Azoverbindungen verwandelt werden. Es entstanden vielmehr nur schwarze, in Alkohol oder Ligroin unlösliche Harze.

Bei dieser Arbeit, welche im chemischen Institut zu Strassburg i./E. ausgeführt wurde, habe ich mich der Unterstützung der Herren Dr. Albert Müller und Dr. Oscar Müller zu erfreuen gehabt.

Berlin, den 29. Februar 1884.

125. Lothar Meyer: Ueber einen empfindlichen Temperaturregulator.

(Eingegangen am 20. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Zahlreiche bei Herrn Mechaniker E. Bühler hier eingelaufene Bestellungen der von mir beschriebenen Luftbäder¹⁾ haben mir gezeigt dass das Bedürfniss gut regulirbarer Apparate dieser Art vielfach empfunden wird, und dass es daher keine ganz undankbare Aufgabe sei, dieselben noch weiter zu vervollkommen.

An der Form der Bäder selbst habe ich nur die geringfügigen Aenderungen getroffen, dass der obere Deckel des runden Luftbades (Fig. 3 u. 4 a. a. O.) von der Seitenwand getrennt, und dadurch der Innenraum auch während der Heizung sowohl von oben als auch von unten zugänglich gemacht, und dass ferner der untere Boden mit einem Fusse nach Art der sogen. Kolbenträger versehen wurde, so dass er ein auf und ab zu schiebendes Tischchen bildet, das bequemer zu handhaben ist als der mit einem Knopfe und Bajonetverschluss versehene Boden.

Zur Regulirung der Temperatur bediene ich mich seit einiger Zeit eines veränderten Apparates, da die beiden bisher empfohlenen Formen, bei aller Empfindlichkeit, von gewissen Nachtheilen nicht frei sind, und es zudem unbequem ist, für hohe und niedrige Temperaturen verschiedene Regulatoren zu benutzen.

Die nach dem von Andreae angegebenen Princip in der Kemp-Bunsen'schen Form hergestellten in meiner vorigen Note beschriebenen Regulatoren sind für Temperaturen unter und nicht weit über 100° C. ganz vortrefflich und haben nur den einen Nachtheil, dass, falls sie einmal zerbrechen oder zerspringen, das Quecksilber in den

¹⁾ Diese Berichte XVI, 1087.

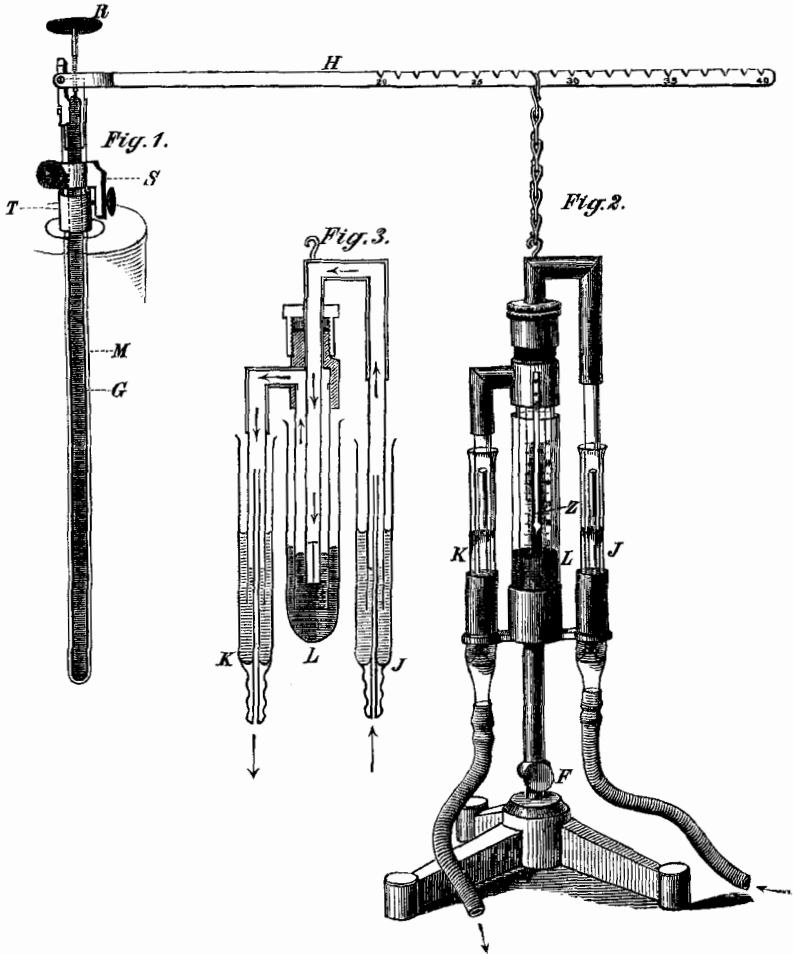
kupfernen Mantel oder den Innenraum des erwärmten Luftbades fliesst. Diese Gefahr ist bei höheren Temperaturen noch grösser und unangenehmer. Zudem bildet sich, wenn man dem Siedepunkte des Quecksilbers nahe kommt, eine nicht ganz unerhebliche Menge Dampf desselben, welcher vom Leuchtgase z. Th. mitgenommen wird.

Der Babo'sche Regulator hat den Vortheil, dass in ihm kein Quecksilber erhitzt wird; aber er muss sehr lang sein, um die nöthige Empfindlichkeit zu besitzen, passt also nur für lange Luftbäder. Zudem wird die das Ventil schliessende Feder¹⁾ nach wiederholtem Erhitzen leicht weich, so dass sie nicht mehr sicher fungirt. Auch brennen die Kautschuckschläuche leicht an, welche das Gas zu- und abführen. Um den Regulator von diesen kleinen Nachtheilen zu befreien und ihn allgemein anwendbar zu machen, schien es mir wünschenswerth, ihn, unter Beibehaltung des sinnreich ausgedachten Principes, empfindlicher zu machen und die Gasregulirung vor Erhitzung zu schützen. Dies habe ich in folgender Art ausgeführt.

In dem senkrecht hängenden, 30 cm langen Messingrohre *M*, Fig. 1, welches durch eine verstellbare Verschraubung *S* an den Tubus *T* des Luftbades festgeklemmt ist, steckt, wie beim Babo'schen Regulator, der Glasstab *G*. Da die Ausdehnung des Glases nur etwa halb so gross ist als die des Messings, so nimmt der Längenunterschied des Stabes gegen die Röhre bei der Erwärmung zu. Die Verschiebung der Enden beider gegen einander geht im Babo'schen Regulator unmittelbar auf das Glasventil über, das demnach um die gleiche Grösse verschoben wird. Um ihren Einfluss grösser zu machen, habe ich den Glasstab mit einer Kappe versehen lassen, aus welcher beiderseits ein kleiner Stift wagerecht hervorragt. Auf diesen Stiften ruht 0.5 cm von seiner Drehungsaxe der an diesem Ende gabelförmige, 40 cm lange Hebel *H*, welcher mit einer Centimetertheilung und oben mit dieser entsprechenden Einschnitten versehen ist. In letztere greift der Haken einer Kette ein, an welcher ein aus Glas und Messing hergestellter, dem oberen Theile des Kemp-Bunsen'schen Regulators nachgebildeter Apparat hängt, dessen Einrichtung aus Fig. 2 und 3 leicht verständlich sein wird. Das Leuchtgas tritt in der Richtung der Pfeile durch zwei nach Art der Wasserzüge beweglicher Gaslampen eingerichtete, mit Glycerin oder concentrirter Chlorziuklösung gesperrte Glasröhren *JK* aus der Leitung ein und zum Brenner aus, so dass der an der Kette hängende Theil des Apparates ohne Reibung frei beweglich ist. Seine Verschiebungen können mittelst des Zeigers *Z* an einer auf das mittlere Glasrohr *L* eingezätzten kleinen Millimeter-scala abgelesen werden. Dieses Rohr *L* ist mit *J* und *K* zusammen in eine auf einem Träger *F* verstellbare Fassung eingesetzt. *L* ent-

¹⁾ Diese Berichte XIII, 1222, Fig. 2.

hält Quecksilber, in welches das untere, aus einem dünnen, bis auf einen feinen Schlitz zusammengebogenen Eisenbleche¹⁾ gebildete Ende des Gasleitungsrohres eintaucht, das, je nach seiner Stellung, durch den seitlichen Schlitz mehr oder weniger Gas austreten lässt. Auf die richtige Herstellung dieses wichtigen Theiles ist besondere Sorg-



falt zu verwenden. Das Eisenröhrchen, das wenigstens 40 bis 50 mm lang aus dem Glasrohr hervorragen soll, muss in dieses nicht nur eingesteckt, sondern auch eingekittet werden, damit das Gas

¹⁾ Statt Eisen kann man auch Platin nehmen, das jedoch nicht zu dünn sein sollte. Zweckmässig wäre wahrscheinlich auch Nickelblech.

nicht zwischen Glas und Eisen, sondern nur durch den Schlitz austreten kann. Dieser soll, wenigstens am oberen Ende, nicht über 0.1 bis 0.2 mm weit sein; darf sich aber, was durch die Elasticität des Metalles von selbst geschieht, unten etwas erweitern. Damit der Schlitz jeder Zeit nachgesehen und, wenn nöthig, geputzt werden kann, ist das Zuleitungsrohr mittelst einer Ueberwurfschraube eingesetzt, also leicht herauszunehmen.

Die Wirkungsweise des Apparates ist leicht verständlich. Stellt man den Träger *F* und, mittelst der Schraube *R*, den Hebel *H* so, dass der Schlitz zum grössten Theile aus dem Quecksilber hervorragt, und entzündet das durch den beschriebenen Regulirapparat zum Luftbade strömende Leuchtgas am Brenner desselben, so wird in dem Mafse, als sich das Rohr *M* erwärmt, der Glasstab *G* relativ verkürzt. Der auf seiner Kappe ruhende Hebel sinkt und mit ihm auch der an ihm hängende Regulirapparat, so dass der eiserne Schlitz tiefer in das Quecksilber eintaucht und weniger Gas durchströmen lässt. Durch Drehen der die Kappe des Glasstabes durchsetzenden, mit ihrem Ende auf dem Stabe ruhenden feinen Schraube *R* hebt man die Kappe und damit auch den Hebel wieder, bis die Temperatur des Luftbades der gewünschten Grenze bis auf etwa 10—20° nahe gekommen ist. Als dann wird durch Rückwärtsdrehen der Schraube *R* der Gaszufluss auf das äusserste Minimum eingeschränkt. Damit derselbe nicht ganz aufhören könne, giesst man zweckmässig in die Röhre *L* nur so viel Quecksilber, dass der Spalt noch nicht ganz eintaucht, wenn die Messingfassung des Zuleitungsrohres schon auf den oberen Rand des Glases *L* aufstösst, so dass das Rohr nicht weiter einsinken kann. Durch feines Einstellen der Schraube *R* lässt sich schliesslich die gewünschte Temperatur genau erreichen.

Damit der sehr empfindliche Apparat gut fungire, muss das richtige Verhältniss zwischen der Länge und Weite des Spaltes und der Ausdehnung des Messingrohres und des Glasstabes eingehalten werden. Die lineare Ausdehnung zwischen 0° und 100° ist

für Messing	0.0019
» Glas	0.0009
Unterschied	0.0010

Bei einer Länge von je 300 mm beträgt also bei einer Erwärmung um 100° C. der Unterschied der Längenausdehnung der Messingröhre und des Glasstabes 0.3 mm oder für 1° C. nur 0.003 mm. Da aber der Glasstab an einem Hebelarm von nur 5 mm wirkt, der Regulirapparat aber an einem bis zu 400 mm langen hängt, so kann diese kleine Bewegung 80fach vergrössert werden, so dass für jede Temperatursteigerung um nur 1° C. der eiserne Spalt um 0.24 mm aus dem Quecksilber heraus gehoben wird. Ist der Spalt 30 mm lang

und 0.1 bis 0.2 mm breit, so entspricht seiner ganzen Länge bei meinem Luftbade ein Temperaturunterschied von reichlich 300° C.; d. h. wenn der Spalt fast ganz über dem Quecksilber steht, so steigt die Temperatur des Bades über 300° . Durchschnittlich giebt also eine Hebung von 0.1 mm schon eine Steigerung von 1° C. Um diese zu compensiren, genügt es also schon, wenn man den Regulirapparat in 330 mm Entfernung von der Drehungsaxe des Hebels aufhängt. Es ist zweckmässig, den Hebelarm nicht übermässig lang zu nehmen, da seine Verlängerung auch den Einfluss zufälliger Störungen, Erschütterungen u. s. w. erhöht, die übrigens um so weniger zu befürchten sind, je besser der Regulator im Tubus des Luftbades befestigt ist.

Der beschriebene Regulator ist seit länger als einem halben Jahre im hiesigen Laboratorium in Gebrauch und hat sich in Luftbädern der verschiedensten Form vortrefflich bewährt. Um seine Leitungsfähigkeit zu zeigen, führe ich eine über fast 24 Stunden ausgedehnte, am cylindrischen Luftbade angestellte Beobachtungsreihe an.

Juni 30, 1883. Zeiger auf 70 mm gestellt, geht beim Erhitzen auf 60 mm. Gasdruck 20 mm Wasser. Die Temperatur bleibt etwa 2 Stunden auf 162° . Um 12 Uhr Mittags ist sie 165° , worauf der Zeiger wieder genau auf 60 mm eingestellt wird. Das Thermometer zeigt jetzt:

um 12 Uhr 55'	162°
» 2 » 45'	160°
» 3 » 40'	161.5°
» 5 » —	163.5°
» 6 » —	165°
» 6 » 45'	162°

am 1. Juli früh:

um 8 Uhr 50'	167°
--------------	---------------

Es folgt aber aus dem der Construction des Apparates zu Grunde gelegten Princip, dass er grosse Schwankungen des Gasdruckes zwar zum guten Theile, jedoch nicht vollständig zu pariren im Stande ist. Ist der Apparat bei einem niederen Gasdrucke von z. B. 20 mm eingestellt, so wird, wenn der Druck auf 40 mm steigt, bei derselben Stellung des Spaltes in gleicher Zeit mehr Gas durch denselben austreten und zum Brenner gelangen. Die dadurch bewirkte Erwärmung des Messingsrohres *M* im Luftbade wird zwar den Spalt tiefer einsinken machen und damit die Wirkung der Drucksteigerung theilweise aufheben; sie völlig zu compensiren ist aber grundsätzlich unmöglich, weil zur Erhaltung der neuen Stellung des Regulators eine bleibend wenigstens etwas höhere Temperatur erforderlich ist.

Man kann sich nun, wenn der Apparat über die gewöhnliche Arbeitszeit hinaus auch während des abendlichen hohen Gasdruckes

benutzt werden soll, dadurch helfen, dass man bei Eintritt derselben die Schraube *R* soweit zurückdreht, dass die Flämmchen des Brenners wieder die vorige Höhe erreichen, und je nachdem das Thermometer zu steigen oder zu fallen beginnt, noch eine kleine Correction durch die Schraube anbringt.

Sicherer ist es, in der Zuleitung des Gases zu sämtlichen beliebig vielen Luftbädern einen Druckregulator von Giroud in Paris einzuschalten, dessen kleinste Nummer zum Preise von etwa 50 Mark aus jeder grösseren Gasapparatenhandlung bezogen werden kann. Ich habe einen solchen Apparat seit Monaten in Gebrauch, der den Druck in der (nicht zu engen) Leitung vollkommen constant auf der gewünschten Höhe erhält.

Braucht man, was ja bei längeren Untersuchungen, so wie besonders in solchen technischen Laboratorien, die stets dieselben Operationen auszuführen haben, häufig vorkommt, constant eine und dieselbe Temperatur, so kommt man nach meinen Erfahrungen am einfachsten und sichersten zum Ziele mit dem kleinen, längst bekannten Apparate, den dieselbe Firma Giroud als »Rheometer« zum Preise von 4 und 5 Franken liefert. Jedes Exemplar lässt nur eine ganz bestimmte Anzahl Liter in der Stunde durch, von 50, 60, 80, 100 L und um je 10 steigend bis zu 200 L, so dass 14 verschiedene Nummern geliefert werden. Ich habe mich durch eine Reihe von Beobachtungen überzeugt, dass diese kleinen Apparate fast ausnahmslos richtig geaicht sind. Schaltet man einen derselben oder auch mehrere neben einander in die zum Luftbade führende Leitung ein, so erhält man eine bestimmte Temperatur, die auch bei wechselndem Gasdrucke nahezu constant bleibt, ohne dass man nöthig hätte, irgend welche andere Regulirapparate einzuschalten. Will man aber eine andere Temperatur so muss man auch ein anderes Rheometer anwenden; sollte also sämtliche Nummern besitzen. Wo aber nur einige wenige Temperaturen gebraucht werden, hat man nur nöthig, ein für alle Mal den einer jeden derselben entsprechenden stündlichen Consum des Brenners an der Gasuhr abzulesen, um darnach das entsprechende Rheometer zu bestellen. Ein Luftbad der in meiner vorigen Note angegebenen Construction, jedoch viel kleiner, von nur 850 cc Inhalt, erhitze sich mit dem 50 Liter-Rheometer auf 180°, mit 100 L auf 244° C., welche Temperaturen constant blieben. Das beschriebene grosse Luftbad von etwa 6 Liter Innenraum gab mit

Rheometer	Temperatur	Differenz
100 L	137° C	
100 + 50 = 150 L .	210° C	75°
200 L	252° C	42°
200 + 50 = 250 L .	296° C	44°

Eine Vermehrung der Gaszufuhr um 50 Liter stündlich steigert, wie zu erwarten war, die niedere Temperatur mehr als die höhere; oberhalb einer gewissen Grenze bleibt aber ihr Einfluss ziemlich constant. Die Zahlen zeigen zugleich, dass der Gasaufwand für diese Form der Luftbäder sehr klein ist.

Bei dem hiesigen Gaspreise von 20 Pf. für das Cubikmeter, kostet die Erhaltung einer Temperatur von 300^o in einem 6 Liter grossen Raume stündlich nur 5 Pfennige.

Tübingen, 16. Februar 1883.

126. August Fölsing: Ueber die Einwirkung von Bromwasserstoff auf die Aetherester der Oxysäuren.

[Aus dem chem. Hauptlaboratorium der Universität Tübingen; mitgetheilt von Lothar Meyer.]

(Eingegangen am 20. Februar; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Zur Ergänzung der Arbeit von E. Sapper¹⁾ hat Hr. Stud. A. Fölsing auf meine Veranlassung die Einwirkung des Bromwasserstoffes auf die Aetherester der Glycolsäure und der Salicylsäure untersucht, um zu entscheiden, ob zuerst das sauer oder das alkoholisch gebundene Alkoholradikal verdrängt werde.

Von den Aetherestern der Glycolsäure wurden vier, nämlich je der Methyl- und Aethylester der Methylo- und der Aethyloglycolsäure untersucht. Dieselben wurden aus den Estern der Monochloressigsäure und der berechneten Menge krystallisirten Natriumalkoholates dargestellt, welche unter sehr guter Abkühlung in einer Kältemischung in einer Wasserstoffatmosphäre zusammengebracht und später auf dem Wasserbade erwärmt wurden. Nach Vollendung der Reaction wurde zur Sicherheit Kohlensäure eingeleitet, trockener Aether zugesetzt, filtrirt und fraktionirt destillirt. Das abfiltrirte Chlornatrium wurde in der Regel gewogen, um zu erfahren, ob der Umsatz vollständig gewesen.

Die Aetherester der Salicylsäure mit zwei gleichen Alkoholradikalen wurden aus dem trockenen basischen Kalisalze und in geringem Ueberschusse zugesetzten Jodäthyl resp. Jodmethyl im geschlossenen Rohre bei 100^o dargestellt. Im offenen Gefässe ist die Reaction sehr träge. Um die verschiedene Alkoholradikale enthaltenden Ester zu gewinnen, wurde ein Theil der wie angegeben dargestellten Verbindungen mit Kali verseift, die Säure mit Salzsäure abgeschieden, mit absolutem Alkohol vom Chlorkalium getrennt, Chlor-

¹⁾ Inaug.-Diss. Tübingen 1881; Ann. Chem. Pharm. 1882, 211, 178.