

**164. B. Tollens: III. Ueber eine einfache Art der Anstellung und Demonstration von W. Spring's Druckversuchen.**

(Eingegangen am 15. März; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Als vor einigen Jahren der Bericht von W. Spring<sup>1)</sup> über die von ihm ausgeführten Versuche, die verschiedensten, pulverförmigen Körper in kompakten, zum Theil durchsichtigen Zustand überzuführen, erschien, habe ich mir, in der Hoffnung, auch andere schwer in durchsichtigen Stücken zu erhaltende Stoffe auf diese Weise in diesen Zustand überzuführen, einen einfachen Apparat construiren lassen und die betreffenden Versuche angestellt. Leider habe ich den von mir bezeichneten Zweck nicht erreicht und deshalb damals nichts darüber publicirt, da jedoch in letzter Zeit mehrfach die Spring'schen Versuche discutirt worden sind<sup>2)</sup>, möchte ich mir erlauben, den von mir angewandten Apparat kurz zu beschreiben, indem man die interessanten Versuche auf diese Weise in jedem mit einer guten Presse versehenen Laboratorium wenigstens bis zu einem gewissen Grade mit wenig Umständen und in kurzer Zeit wiederholen und sogar leicht demonstrieren kann.

Statt des Hebel- und Schraubenwerkes von Spring benutze ich die von Samain in Blois hergestellte, vortreffliche Kniehebelpresse meines Laboratoriums<sup>3)</sup>. Diese ist senkrecht angeordnet und treibt, sobald man durch Schraube und Hebel die beiden Knie einander nähert, mit grosser Kraft einen Stempel nach unten. Die Kraft wird mittelst eines Dynamometers gemessen und bis 5000 kg Druck angezeigt.

Der Apparat<sup>4)</sup>, in welchem ich die betreffenden Stoffe comprimire, ist sehr ähnlich dem von Spring benutzten und besteht aus 2 Stahlklötzen, welche auf einander passen und je die Hälfte eines eingebohnten Loches von ca. 0.8 cm Durchmesser enthalten. Die Stahlklötze werden durch ein dickes, eisernes Band und 2 kräftige Schrauben zusammengehalten, und einige Stifte sichern das genaue Schliessen.

<sup>1)</sup> Recherches sur la propriété que possèdent les corps de se souder sous l'action de la pression; mir zugesandter Abdruck aus den Bulletins de l'Académie royale de Belgique (2) 49 (1880) 323; s. ferner (2) 45 (1878) 746; (3) 5 (1883) 229, 492. — Diese Berichte XV, 595; XVI, 2833. — Bulletin de la Société chimique (2) 37, 549; 39, 641; 40, 515. — Annales de Chimie et de Physique (5) (1881) 22, 170.

<sup>2)</sup> Siehe besonders Jannettaz, Neel et Clermont, Bulletin de la Société chimique (2) 40, S. 50, 51; 41, S. 114, 117. Friedel, ebendas. (2) 39, 626; Spring (2) 40, 520; s. auch diese Berichte XVII, Ref. S. 3; Ref. S. 98.

<sup>3)</sup> Diese Berichte IX, 488; eine mit Manometer versehene, hydraulische Laboratoriumspresse wird auch anwendbar sein.

<sup>4)</sup> Hergestellt vom hiesigen Universitäts-Mechaniker Apel.

Wenn diese Form mit Material gefüllt, und der Stempel aus gehärtetem Stahl, soweit es mit der Hand oder einem Hammerschlage geht, eingetrieben ist, bringt man sie sorgfältig centrirt auf die Platte der Presse, setzt auf den Stahlstempel ein etwas breiteres Eisenstück mit einer stahlgefütterten Vertiefung und lässt die Presse gegen das Eisenstück wirken. Man dreht vielleicht ein oder mehrere Male zurück, um etwaige seitliche Spannungen zu heben, bis man auf 5000 kg Druck kommt, oder bis trotz weiteren Drehens der Presse Stationairbleiben des Dynamometers anzeigt, dass die betreffende Substanz durch die Spalten des Apparates entweicht.

Mit dem beschriebenen Apparate kann man, abgesehen von der Reibung zwischen Stempel und Presscylinder und die Richtigkeit der Angaben des Dynamometers vorausgesetzt<sup>1)</sup>, bis zu 10000 Atmosphären Druck ausüben, denn, da der Querschnitt des von mir angewandten Stahlstempels ca.  $\frac{1}{2}$  qcm beträgt, so entspricht 1 kg Druck ca. 2 Atmosphären.

Falls die Agglomeration der Substanzen gut gelungen ist, findet man letztere in einen der Höhlung entsprechenden, kompakten Cylinder verwandelt, der von einem durch Schmelzung und Einguss erhaltenen äusserlich nicht zu unterscheiden ist. Ich habe Spring's Versuche mit Siegellack, Campher, Schwefel, Salpeter, Salmiak und anderen Salzen wiederholt und kompakte, beim Campher durchsichtige, bei den anderen Substanzen opake Cylinder bekommen; ebenso habe ich die Compression von Blei, Wismuth und Zinn angestellt und hebe als besonders überraschend das Aeussere des aus Wismuthpulver bei einer Dynamometerangabe von 4000 — 5000 kg entstandenen kompakten Blockes mit körnigem Bruche hervor. Reducirtes Silber sowie Kupferfeile in wirklich kompakte Blöcke zu verwandeln, gelang mir dagegen nicht, denn die entstandenen Blöcke waren zwar zusammenhängend, geschweisst und metallglänzend geworden, sie liessen sich jedoch zerhämmern, und besonders der Kupferblock war im Innern porös. Messingstücke nahmen zwar ungefähr die Gestalt der Pressform an, erhielten jedoch keinen Zusammenhang.

Beim Comprimiren von Schwefel mit Kupferfeile oder -Drath bedeckte sich das Kupfer überall mit einer Schicht von schwarzem Schwefelkupfer<sup>2)</sup>.

Lufttrockene Kartoffelstärke gab einen zum Theil durchscheinenden, zum Theil opaken Cylinder, die in die Fugen der Pressklötze

<sup>1)</sup> Leider fehlt mir die Möglichkeit, die Angaben des übrigens seit 9 Jahren benutzten Dynamometers zu controliren; nach den z. B. mit Kupfer (s. u.) erhaltenen Resultaten scheinen die Angaben etwas höher als der wirklich ausgeübte Druck zu sein.

<sup>2)</sup> Beim Pressen von Schwefel entweicht er stossweise durch die Fugen des Apparates und erschüttert die Presse.

gedrungenen Blätter waren fast durchsichtig, und man konnte unter dem Mikroskop keine Stärkekörner in diesen Partien mehr entdecken, das Innere des Presscylinders war dagegen ein Haufwerk von Stärkekörnern geblieben. Die fast durchsichtigen Blättchen wurden mit kaltem Wasser übergossen weich, zerfielen jedoch nicht, und das Wasser gab nach dem Filtriren mit Jodlösung deutlich sich etwas ins violette ziehende Blaufärbung<sup>1)</sup>, mit Alkohol geringe Trübung, mit Fehling'scher Lösung keine Reaktion.

Gummi arabicum sowie Torf zeigten das von Spring beschriebene Verhalten, das erstere lieferte einen kompakten, fast durchscheinenden Cylinder, der letztere eine Braunkohlen-artige Masse.

Rohrzucker, trocken oder auch befeuchtet, hat wohl eine etwas gesinterte, aber keine durchsichtige Masse gegeben.

---

#### 165. B. Tollens: IV. Ueber die Schmelzpunkte der Monochloressigsäure.

(Eingegangen am 15. März; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bekanntlich existirt eine Reihe von organischen Substanzen, welche in verschiedenen durch ihre Eigenschaften, Krystallform, Farbe, besonders aber auch durch ihren Schmelzpunkt<sup>2)</sup> unterschiedenen Modificationen auftreten.

Von diesen Modificationen ist jedoch bei gewöhnlicher Temperatur nur eine beständig, die übrigen wandeln sich dagegen leicht in diese festere oder stabile Modification um.

Wie ich bei Gelegenheit einer Untersuchung über die beiden Modificationen der  $\alpha$ - $\beta$ -Bibrompropionsäure<sup>3)</sup> angab, schien mir die Monochloressigsäure auch zu diesen Körpern zu gehören, und dies ist durch eine neuerdings von mir ausgeführte Untersuchung bestätigt worden.

Monochloressigsäure in schönen Krystallen wurde zwischen Papier gepresst (Probe I), die gepresste Säure mit etwas Wasser geschmolzen, während des Erstarrens mit einer Spur der ursprünglichen Säure berührt, wieder gepresst (Probe II) und diese Operation des Schmelzens und Pressens mehrfach wiederholt und so die Proben III, IV, V ge-

---

<sup>1)</sup> Die angewandte Stärke zeigte vor der Pressung diese Reaktion nicht.

<sup>2)</sup> Zincke, diese Berichte IV, 576, sowie besonders O. Lehmann, Grothe's Zeitschrift für Krystallographie I, 125, wo die Beobachtungen von Laubenheimer, v. Richter u. A. zusammengestellt sind; s. a. Lellmann, diese Berichte XV, 2835.

<sup>3)</sup> Diese Berichte VIII, 1452, Anm.