

Bedingung nicht festgehalten, da der Grad der Feuchtigkeit nicht constant bleibt. Ich habe mich später in der That überzeugt, dass die Anwesenheit der Feuchtigkeit die Contactwirkungen bei den von mir untersuchten Estern stören kann.

St. Petersburg, $\frac{30. \text{ Juli}}{11. \text{ August}}$ 1885. Universitätslaboratorium.

545. Hugo Schiff: Ein Gasdruckregulator ohne Metalltheile.

(Eingegangen am 21. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Wer beständig mit denselben Apparaten und mit denselben Lampen arbeitet, der lernt sehr bald die Flamme derart reguliren und näher oder entfernter stellen, dass er ohne Mühe bestimmte Temperaturen ziemlich genau erreicht und längere Zeit erhält, sobald nur der Gasdruck der gleiche bleibt. In solchen Fällen, die wohl den meisten in der gewöhnlichen Praxis vorkommenden entsprechen, reducirt sich die Temperaturregulirung auf eine Regulirung des Gasdrucks.

Wenn wir von den weniger genauen Apparaten absehen, in welchen der Gasdruck auf eine elastische Membran oder auf eine dünne Metallplatte wirkt, dann beruhen die genaueren Druckregulatoren auf dem Princip der in einer Flüssigkeit (Wasser oder Quecksilber) schwimmenden Glocke. In den meisten Fällen theilt diese letztere ihre Bewegung einem ober- oder unterständigen Conus mit, welcher seinerseits die Gasdurchtrittsöffnung vergrößert oder verkleinert. Nach diesem Princip hat Samuel Clegg¹⁾, der Ingenieur der ersten Londoner Fabrik für öffentliche Gasbeleuchtung, gegen 1815, gleichzeitig mit der ersten Gasuhr, auch den ersten Druckregulator construirt; es ist derselbe späterhin in mannigfachen Modificationen verwerthet und verbessert worden, aber auch heute ist das Clegg'sche Princip noch das in den meisten Fällen angewandte.

In anderen Gasdruckregulatoren, z. B. in den von Matley und von Nicolle construirten, ist die Schwimglocke mit einem Hebel verbunden, dessen kürzerer Arm eine Oeffnung mehr oder weniger

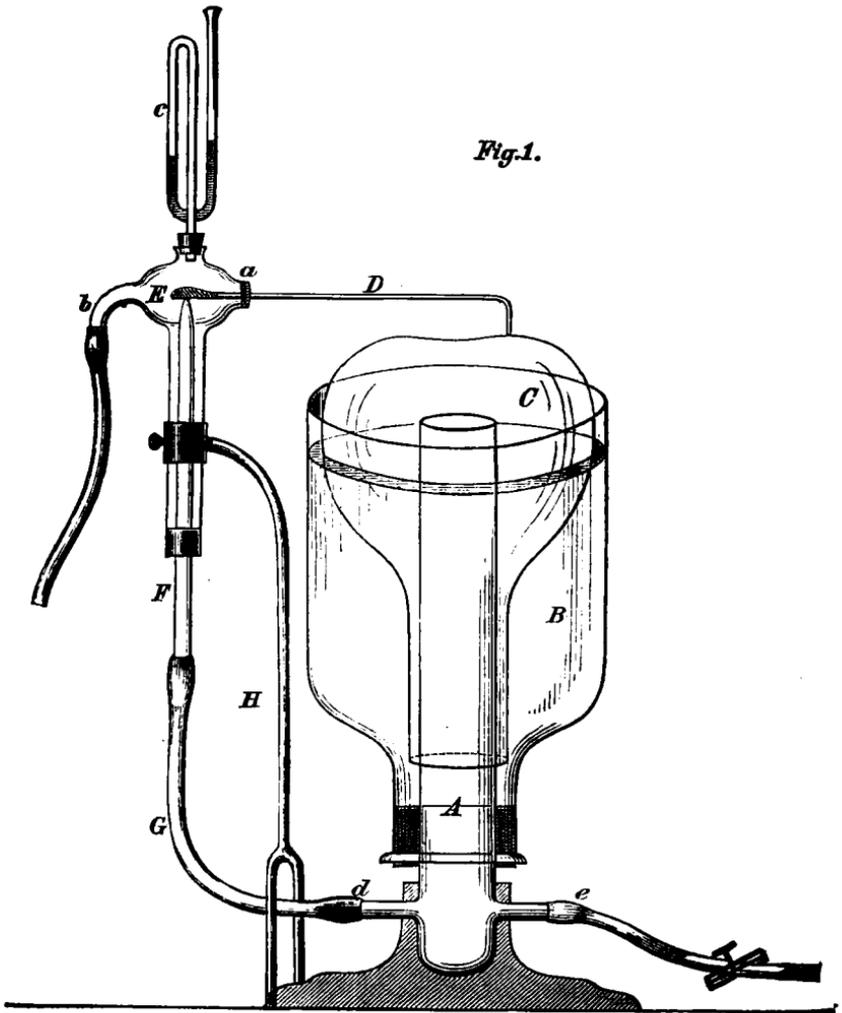
¹⁾ Further account of Mr. Sam. Clegg's improvements of the apparatus used in gas illumination. Quart. Journ. of Sc. and arts 1817, II, 132.

schliesst. Nach diesem letzteren Princip hat J. M. Crafts grössere ganz aus Metall (Weissblech) bestehende Druckregulatoren construirt, in welchen der Hebel nur von dem Schwimmer gehoben wird, ohne mit demselben fest verbunden zu sein. Die äussere Blechtrommel dieser Crafts'schen Regulatoren fasst sieben Liter Wasser, und da diese Trommel, der Wirkungsweise des Apparates nach, fast bis zum Rand gefüllt werden muss, so ist der gefüllte Regulator bei seinem Gewicht von 8 bis 9 kg nicht wohl transportabel. Auch bedarf der Apparat, wie andere aus Metall verfertigte, einer öfteren Reinigung, und dieselbe ist etwas schwierig, weil sämmtliche Theile in fester Stellung mit einander verlöthet sind. Aber abgesehen von diesen unerheblichen Unbequemlichkeiten und so lange sich nicht Oxyd an einer Stelle hindernd abgesetzt hat, arbeiten die Crafts'schen Apparate sehr gut und sicher. Ich erinnere mich, dass ein solcher Apparat im Januar 1883 zwei bis drei Wochen, Tag und Nacht, ohne Unterbrechung mit Erfolg thätig war. Späterhin hat er nach kürzerer Zeit gereinigt werden müssen.

Daraufhin habe ich mich nun bemüht, unter Beibehaltung des Principis aber bei wesentlich veränderter Form, einen ganz aus Glas bestehenden Druckregulator anzufertigen, bei dem die erwähnten Uebelstände ohne Weiteres wegfallen. Ausserdem dass Metalltheile oder Quecksilber gänzlich bei demselben vermieden sind, ist er bei einem Gewicht von etwa 2 kg (wenn gefüllt) leicht transportabel, in allen seinen Theilen beweglich und leicht zerlegbar und daher schnell und bequem zu reinigen, so dass er für chemische Laboratorien besonders geeignet erscheinen dürfte. Nachstehende Figur stellt den Druckregulator in $\frac{1}{3}$ der natürlichen Grösse dar.

Eine unten geschlossene Röhre *A*, welcher nahe dem geschlossenen Ende zwei einander gegenüberstehende kurze Seitenröhren angeschmolzen sind, ruht, nach Art der Stehbüretten, auf einem Holzfuss, so dass die unteren Seitenröhren in zwei Einschnitte einpassen. Dieser Holzfuss trägt zugleich den ganzen Apparat. Auf der aufrecht stehenden centralen Glasröhre *A* und nahe oberhalb der Seitenröhren ist mittelst eines Korkringes eine Pulverflasche mit abgesprengtem Boden *B* befestigt, welche bei dem Inhalt von etwa einem Liter zu $\frac{3}{4}$ mit Wasser gefüllt ist. Als Schwimmer bewegt sich im Wasser und auf der Glasröhre eine $\frac{1}{2}$ Liter-Kochflasche *C*, deren Hals entsprechend abgeschnitten ist. Letzterer ist etwa 2 mm weiter als die aufrechte Röhre. Die Kochflasche hebt einen nur auf ihr ruhenden, aus einem Glasstab verfertigten Hebel *D*, welcher mittelst einer etwa 3 mm dicken, kleinen Kork- oder Gummiplatte in dem Ende *a* der Kreuzröhre *E* beweglich befestigt ist. Das in dem kugelig erweiterten Centrum der Kreuzröhre befindliche Ende des kürzeren Hebelarms

ist vor der Lampe platt gedrückt und die untere Seite des abgeplatteten Theils trägt ein kleines Gummiplättchen. Dieses Plättchen schliesst, je nach dem Stand des Schwimmers, eine etwa 2 mm weite obere Oeffnung einer in die Kreuzröhre eingeschoben und luftdicht darin



befestigten Röhre *F* mehr oder weniger und lässt also bei höherem Druck entsprechend weniger Gas eintreten, oder schliesst die Oeffnung wohl auch ganz ab.

Das Gas gelangt von der Leitung durch *b* in die Kreuzröhre, drückt nach oben auf das gefärbte Wasser des kleinen Manometers *c*

und geht durch die abschliessbare kleine Oeffnung der eingeschobenen Röhre *F* und den Gummischlauch *G* bei *d* nach der weiteren Glasröhre *A*, füllt und hebt die Kochflasche *C* und geht dann von der Seitenröhre *e* aus, durch einen mit Schraubenquetschhahn versehenen Gummischlauch zum Gasbrenner.

H ist ein Halter aus dickem Messingdrath, welcher oben die Kreuzröhre in einem verschraubbaren Ring trägt. Nach unten vertheilt sich der Halter gabelförmig. Die platt geschlagenen und durchlöcherten Enden der Gabel sind an den Holzfuss so angeschraubt, dass der Kautschukschlauch, welcher die Seitenröhre *d* mit der Kreuzröhre verbindet, in gerader Richtung durch die etwa $2\frac{1}{2}$ cm von einander entfernten Zinken der Gabel geht.

Der Regulator muss durch einen Gashahn gespeist werden, welcher jedenfalls viel mehr Gas ausgiebt, als von der angewandten Lampe verbraucht wird, so dass der Quetschhahn nur in einer breiten engen Spalte geöffnet zu werden braucht. Man stellt den Apparat bei gewöhnlichem Tagesdruck so ein, dass bei der erreichten und constant gewordenen Temperatur das Gummiplättchen am Ende des kürzeren Hebelarms etwa $\frac{1}{2}$ mm von der oberen Oeffnung der Röhre *F* entfernt steht, während das gebogene Ende des längeren Hebelarms die obere Wölbung der Kochflasche berührt. Der Apparat ist dann auch für höheren Druck regulirt. Tritt derselbe ein, dann hebt sich die Kochflasche um einige Millimeter und die Oeffnung von *F* wird momentan fast geschlossen. Die Lampe verbraucht jetzt etwas Gas aus der Kochflasche, letztere sinkt um kaum einen Millimeter, die Einstromungsöffnung wird wieder frei, die Schwimmerflasche hebt sich aufs Neue u. s. w. Bringt man in dunkelm Zimmer hinter die Kreuzröhre eine diese stark beleuchtende Lampe, so kann man mit einer wenig vergrössernden Loupe dieses Spiel des Apparates sehr deutlich beobachten.

Um Schimmelbildung in dem Wasser des Recipienten zu vermeiden, können sehr verdünnte Lösungen von Metallsalzen nicht angewandt werden, da Bestandtheile des Leuchtgases auf solche Lösungen allmählig zersetzend wirken. Am besten hat sich mir bis jetzt eine mit Salzsäure sehr schwach angesäuerte $\frac{1}{2}$ procentige Lösung von Phenol in destillirtem Wasser bewährt.

Nachfolgend einige Anhaltspunkte bezüglich der Leistungsfähigkeit dieses Regulators.

1. Tubulirte Kupferbüchse über gewöhnlicher Lampe mit Griffinschem Kronenaufsatz:

bei 11 mm Druck	96°	dann bei 36 mm	97°
» 15 »	» 145°	» 47 »	145.5°
» 15 »	» 158°	» 45 »	159°
» 14 »	» 166.5°	» 35 »	167°

2. Oelbad aus Eisen $4\frac{1}{2}$ L fassend auf Ofen von Wiesnegg. Thermometer im Oel:

bei 15 mm Druck	109.5 ⁰	dann bei 45 mm	110.6 ⁰
» 15 »	» 142 ⁰	» » 55 »	144 ⁰
» 15 »	» 160.5 ⁰	» » 51 »	161.2 ⁰
» 14 »	» 173 ⁰	» » 43 »	173.6 ⁰

3. Concentr. Tübinger Circulirofen von 6 L Heizraum. Gashahn von 12 mm:

Bei 13 mm Druck	140.5 ⁰ ,	dann bei 35 mm	138 ⁰ ,
» 14 »	» 164 ⁰	» » 34 »	162 ⁰ ,

am folgenden Tage bei etwas modificirter Einstellung:

bei 13 mm Druck	175 ⁰ ,	dann bei 35 mm	177 ⁰ .
-----------------	--------------------	----------------	--------------------

4. Ein anderer Regulator mit obiger Kupferbüchse

bei 15 mm Druck	110 ⁰ ,	dann bei 30 mm	111 ⁰ .
-----------------	--------------------	----------------	--------------------

Nach $\frac{1}{4}$ stündigem Auf- und Abgehen vor dem Apparat fällt die Temperatur auf 109.5⁰.

5. Dieser letztere Regulator mit dem Tübinger Ofen und dem Gashahn von 12 mm:

bei 15 mm Druck	152.5 ⁰ ,	dann bei 27 mm	152.8 ⁰
» »	» 36 »	» »	153 ⁰ .

Ein drittes einfacher ausgestattetes Instrument lieferte ähnliche Resultate, wie sich mir der Apparat überhaupt seit $2\frac{1}{3}$ Jahren in den mannichfaltigsten Verhältnissen und auch bei recht unregelmässigen Druckschwankungen (z. B. in der Neujahrswoche) immer gut bewährt hat. Da er nun aus den gewöhnlichsten Stücken leicht und mit geringen Kosten zusammengestellt, da er in wenigen Minuten zerlegt und gereinigt werden kann und alle Theile beständig sichtbar und bezüglich ihrer Function controlirbar sind und die Handhabung eine sehr einfache ist, so kann ich diesen Glasregulator besonders den chemischen Laboratorien angelegentlichst empfehlen.

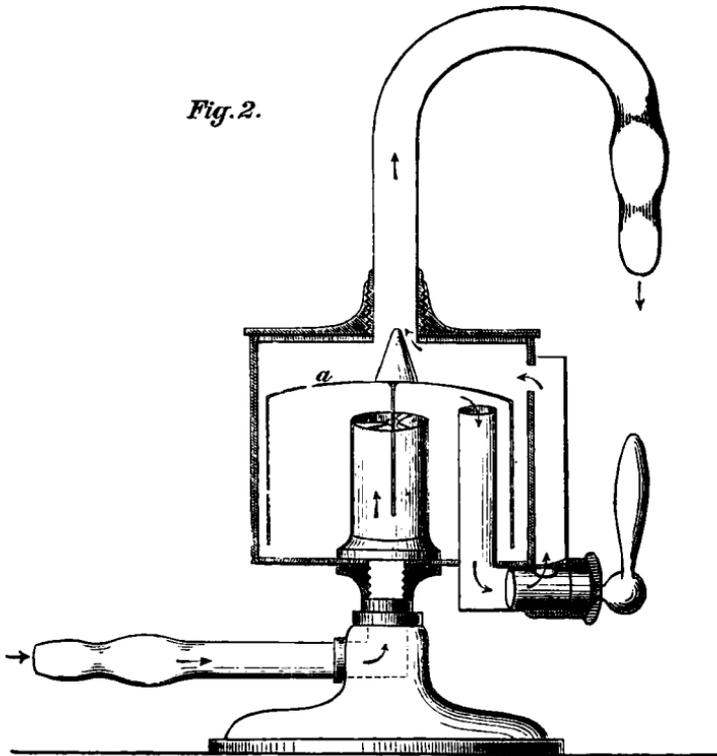
Zu den nach dem Clegg'schen Princip construirten, aber in davon verschiedener Weise arbeitenden Regulatoren gehören die rhéomètres humides von H. Giroud ¹⁾. Auffallender Weise haben die Chemiker

¹⁾ H. Giroud. De la pression du gaz d'éclairage et des moyens à employer pour la régulariser. 1^{ère} partie. Paris 1867. — 2^{ème} partie avec atlas de neuf planches 1872. — Diese 2. Abtheilung handelt ausschliesslich von des Verfassers Regulatoren und Rheometern.

diese kleinen, wenig kostspieligen und doch relativ gut arbeitenden Apparate lange unbeachtet gelassen, bis dieselben, auf eine Notiz von Lothar Meyer hin (diese Berichte XVII, 483), Eingang in die Laboratorien und in die Apparatecataloge gefunden haben. Nach dem Clegg'schen Princip ist die Schwimmglocke oben von Luft umgeben und das Gas findet unterhalb der Glocke seinen Ausweg. Bei den *rhéomètres humides* ist dagegen das Glöckchen allseitig von Gas umgeben und dasselbe tritt durch eine sehr kleine Oeffnung im oberen Theil des Glöckchens selbst aus. In dieser Weise lässt jedes *rhéomètre* nur eine bestimmte Anzahl von Liter in der Zeiteinheit austreten und giebt nur eine und stets sehr nahe die gleiche Temperatur. Man muss also, wie auch Lothar Meyer richtig bemerkt, für verschiedene Temperaturen verschiedene Rheometer anwenden. Dies ist indessen nicht der Fall bei Anwendung von Giroud's »*rhéomètre humide à dépense arbitraire*«, welches Lothar Meyer damals nicht bekannt gewesen zu sein scheint. In seiner ursprünglichen Form mit unterständigem Conus, Schraube ohne Ende und einem engen, seitlichen, zu derselben führenden Gang, der sich leicht durch ein Tröpfchen Flüssigkeit verstopfte (l. c. Taf. VII, Fig. 3), war der Apparat weniger handlich und schwierig zu reinigen. Im Jahre 1871 ist aber aus verschiedenen anderen Apparaten von Giroud ein *rhéomètre à dépense arbitraire* mit oberständigem Conus, Röhrenhahn und weitem Gang zusammengesetzt worden, welches die Uebelstände des ersteren gänzlich vermeidet. Eines der ersten dieser Apparätchen habe ich damals von Wiesnegg mit Fuss und gebogenem Ausflussrohr versehen lassen, und seitdem sind mir noch etwa acht andere dieser Apparate in 2 Grössen durch die Hände gegangen und haben mir vielfach gedient. In die damals gerade zur Herausgabe fertige 2. Abtheilung des Giroud'schen Buches hat das so modificirte Rheometer keine Aufnahme mehr finden können und ich erinnere mich nicht, dass dasselbe anderswo abgebildet worden wäre. Ich lasse also eine Abbildung (siehe S. 2839) hier folgen.

Dieselbe stellt ein grösseres Exemplar in halber Grösse dar, und zwar so, dass die Zeichnung zugleich den mittleren Theil eines kleineren Exemplars, welches nur 7 ccm Flüssigkeit bedarf, in natürlicher Grösse, Fuss und Ausflussrohr aber ebenfalls in $\frac{1}{2}$ Grösse darstellt. Wie man sieht, ist es ein wirklicher Regulator in nuce und seine Wirkungsweise ist ohne Weiteres verständlich: Bei geschlossenem Hahn hat man ein gewöhnliches *rhéomètre humide* und erreicht damit die Temperatur, welche der von der Oeffnung *a* im Glöckchen in der Zeiteinheit durchgelassenen Anzahl von Litern Gas entspricht. Für höhere Temperaturen wird der Hahn mehr oder weniger geöffnet, so

dass noch eine Hilfsmenge von Gas austritt. Für niedrigere Temperaturen wird die Oeffnung im Glöckchen durch ein Tröpfchen Stearinsäure fast geschlossen, so dass dieselbe nur ein etwa 1—1½ cm hohes Flämmchen giebt, und dasselbe dann durch geringes Oeffnen des Hahns beliebig vergrössert. Mit zwei Rheometern dieser Art kann man also sehr verschiedene Temperaturen mit einer Toleranz von $\pm 5^{\circ}$ constant erhalten. Niedrige Temperaturen sind bei grösseren Druckschwankungen nicht so leicht constant zu erhalten, weil hier ein kleiner Antheil der vom Rheometer nicht völlig compensirten Druckschwankung



von relativ grösserem Einfluss ist. Arbeitet man aber bei grösseren Wasserbädern mit einem Griffin'schen Rundbrenner und stellt denselben genügend entfernt vom Gefäss auf, dann können doch recht gute Resultate erzielt werden. Ich erinnere mich, dass das kleinere Rheometer im Laboratorium meines Bruders längere Zeit bei Verdauungsversuchen mit Erfolg gedient hat, wo es sich um die Er-

wärmung eines mehrere Liter Wasser haltenden Blechgefässes handelte¹⁾.

Zum Zwecke der Strassenbeleuchtung wird das mit 75procentigem Glycerin gefüllte Rheometer etwa 20 cm unterhalb der Glasflamme angebracht, so dass es sich schwach erwärmt und in der kälteren Jahreszeit ein Absatz von Naphtalin verhütet wird. Wenn aber für Erwärmungszwecke in einem Apparaten-catalog vorgeschlagen wird, einen breiten Spiralbrenner direct auf das Rheometer aufzuschrauben und beide so unter das zu erhitzende Gefäss zu bringen, dann ist dies eine falsche Anwendung des Apparats. Wenn bei solchen auf längere Zeitdauer berechneten Heizungen sich das Rheometer stark erwärmt, so ist schon hierdurch ein Anlass zu Unregelmässigkeiten gegeben. Wenn aber gar etwas abgedunstetes Wasser sich auf dem Glöckchen, dem Conus oder an der Austrittsöffnung verdichtet, dann ist die Leistung des Apparats keine zuverlässige mehr, und er wird unter Umständen auch wohl völlig unwirksam. Das Rheometer ist also immer durch einen Gummischlauch mit der Lampe zu verbinden.

Indem ich den durch einen angelötheten Metalldraht verlängerten Griff des Hahns auf einem Quadranten von 5.5 cm Durchmesser laufen liess, hatte ich mir ein Rheometer so eingerichtet, dass auf eine Anzahl bestimmter Temperaturen im Voraus eingestellt werden konnte. Später habe ich dann nicht Gelegenheit gefunden, derart eingerichtete Apparate besser und eleganter ausführen zu lassen; es wäre dies aber die nächstliegende Verbesserung, deren das *rhéomètre humide à dépense arbitraire* fähig ist.

Giroud construirt auch *rhéomètres secs* mit unterständigem (l. c. Taf. VII, Fig. 4) oder oberständigem (Taf. IX, Fig. 1) Conus, welcher durch eine elastische Platte bewegt wird. Dieselben sind noch kleiner als die *rhéomètres humides* und arbeiten alle, ihrer Construction nach,

¹⁾ Bezüglich der Toleranz von $\pm 5^0$ hat man sich zu erinnern, dass die Rheometer eigentlich für Beleuchtungszwecke construirt sind. Wird ein mit Rheometer versehenes Gaslicht bei einem Abdruck von etwa 30 mm angezündet, so bewirkt ein späterer Druckzuwachs von etwa 15 mm einen Mehrverbrauch von nur einem Bruchtheil eines Liters Gas. — Ein Manchesterbrenner No. 4 mit 2 Löchern von je 1 mm, auf einer Riedinger'schen Versuchsgasuhr angebracht, verbrauchte, ohne Rheometer, bei 15 mm Druck 120 L per Stunde und mit gleich geöffnetem Hahn bei 45 mm Druck 199—200 L. — Bei Einschaltung des Rheometers betrug unter gleichen Verhältnissen der Mehrverbrauch nur 2—3 L. Dieselben machen nur einen Bruchtheil einer Kerzenflamme aus, und die Beleuchtung kann noch als eine constante betrachtet werden. Wird aber dieses mehr verbrauchte Gas bei Vermeidung von Luftzug mit dem Sauerstoff der Luft unter einem mässig grossen Luftbade verbrannt, dann ist der Wärmeeffect ein recht merklicher und erklärt die obige Toleranz von einigen Graden.

a dépense arbitraire. In ihrer Anwendung wären sie jedenfalls viel bequemer, aber wenn sie auch vielleicht für Beleuchtungszwecke hinlänglich sind, so habe ich mich doch nicht in die Bedingungen setzen können, um auch für Erwärmungszwecke befriedigende Resultate erzielen zu können, welche denn bei weiteren eingehenden Studien doch vielleicht zu erreichen wären. Jedenfalls werden aber die rhéomètres humides à dépense arbitraire bei ihrer Kleinheit, Handlichkeit und Billigkeit in den chemischen Laboratorien, auch neben anderen genaueren Regulatoren, mannichfache Verwendung finden können, und ich habe nicht versäumen wollen, bei dieser Gelegenheit die Aufmerksamkeit der Fachgenossen auf dieselben zu lenken.

Florenz, Universitätslaboratorium.

546. Oscar Jacobsen und E. Schnapauff: Ueber einige Derivate des Durols.

[Mittheilung aus dem chemischen Universitätslaboratorium zu Rostock.]

(Eingegangen am 22. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Wenn man gepulvertes Durol allmählich in die etwa $2\frac{1}{2}$ fache Menge eiskalt gehaltenen Schwefelsäurechlorhydrins einträgt, so entsteht als Hauptproduct Durolsulfochlorid, daneben in erheblicher Quantität Sulfodurid und nur wenig Durolsulfonsäure. Versetzt man die entstandene halbflüssige Masse vorsichtig mit Eisstückchen und Wasser, so kann die schwefelsaure und salzsaure Lösung der Sulfonsäure von dem Gemenge des Durolsulfochlorids mit dem Sulfodurid abgesogen werden.

Durch überschüssige Natronlauge wird aus der abgesogenen Flüssigkeit die Sulfonsäure fast vollständig als Natriumsalz abgeschieden.

Das Durolsulfochlorid lässt sich durch Krystallisiren aus Alkohol und schliesslich aus Aether vom Sulfodurid befreien. Man löst das Gemenge in wenig warmem Alkohol und kühlt die Lösung sofort auf 0° ab. Der entstandene Krystallbrei wird ausgesogen, mit wenig kaltem Alkohol gewaschen und aus warmem Aether umkrystallisirt, bis das Sulfochlorid von wässrigen Alkalien ganz klar gelöst wird.

Das Sulfodurid bleibt in den Mutterlauge. Es kann durch Erwärmen mit weingeistiger Natronlauge, Füllen mit Wasser und Krystallisiren aus verdünntem Weingeist rein erhalten werden.