

lässt. Man oxydirt Glycerin in der üblichen Weise mit Salpetersäure, dampft die erhaltene Flüssigkeit ein, vertreibt die Salpetersäure auf dem Wasserbade und gewinnt so einen Syrup, welcher natürlich ausser Glycerinsäure noch viele andere Körper enthält, deren Anwesenheit aber für die Gewinnung der Jodpropionsäure völlig unschädlich ist; denn sie bilden mit Jodphosphor keine krystallisirenden Producte, und ihre Gegenwart hindert die Krystallisation der Jodpropionsäure in keiner Weise.

Zum Ziele gelangt man auf folgende Weise: Der durch Oxydation des Glycerins erhaltene, von Salpetersäure befreite Syrup wird in Wasser gelöst und auf ein specifisches Gewicht von genau 1.26 gebracht. Die erhaltene Lösung giesst man in Mengen von 30 ccm auf einzelne Portionen von Jodphosphor, der jeweilen im Reactionskolben aus je 50 g Jod und 6.5 g gelbem Phosphor bereitet ist. Die Reaction tritt entweder von selbst ein oder wird durch gelindes Erwärmen eingeleitet. Nachdem der sehr stürmische Verlauf derselben vorüber, lässt man erkalten und findet dann nach einiger Zeit den Inhalt des Reactionsgefässes durch Ausscheidung grosser, fast farbloser Blätter von Jodpropionsäure erstarrt, welche nach einmaligem Krystallisiren aus Wasser rein sind, gewöhnlich aber nur abgepresst und getrocknet werden müssen, um für die meisten Zwecke direct verwendbar zu sein.

Göttingen. Universitäts-Laboratorium.

---

### 690. Justus Mensching und Victor Meyer: Ueber die Dampfdichte des Zinks.

(Eingegangen am 27. December.)

Während unter den nichtmetallischen Elementen nicht weniger als 11 sind, bei denen die Dampfdichte hat bestimmt werden können, ist diese Constante bis jetzt nur bei zwei Metallen, dem Quecksilber und Cadmium, ermittelt. Wie bekannt, ist bei beiden das Molekulargewicht mit dem Atomgewicht identisch gefunden worden, und dies Resultat macht es in hohem Maasse wünschenswerth, noch eine grössere Anzahl von Metallen in der angegebenen Richtung zu prüfen. Denn da bei den meisten Metalloiden die Moleküle aus mehreren Atomen bestehen, (die Halogen-Moleküle übrigens in den monatomen Zustand erst bei sehr hohen Hitzegraden über-

gehen), so ist es nach den beim Quecksilber und Cadmium erlangten Resultaten ganz unmöglich, auf Analogien fussend, irgend welche Schlüsse über die muthmasslichen Molekulargrössen der übrigen Metalle abzuleiten.

St. Claire-Deville und Troost, welchen wir bekanntlich die Kenntniss der Dampfdichte des Cadmiums verdanken, und welche im Laufe ihrer berühmten Arbeiten Dampfdichtebestimmungen bei weit über  $1000^{\circ}$  C. liegenden Temperaturen ausgeführt haben, bestimmten dennoch die Dampfdichte des Zinks nicht, obwohl dessen relativ niedriger Siedepunkt (ca.  $950^{\circ}$  C.) diese Forscher ohne Zweifel zu dem Versuche angereizt haben wird. In ihren Publikationen haben wir indessen keine Notiz gefunden, aus welcher hervorgeht, dass sie das Experiment angestellt haben — eine auffällige Unterlassung in den Arbeiten der Forscher, welche kühn genug waren, den Dampf siedenden Zinks als Erhitzungsmittel bei Dampfdichtebestimmungen anzuwenden. — Als der eine von uns in Gemeinschaft mit Carl Meyer 1879 seine Untersuchungen über Dampfdichtebestimmungen bei Gelbglühhitze begann, richteten wir alsbald unser Augenmerk auf das Zink. Allein wir fanden bei dem Versuche unerwartete Schwierigkeiten, welche wir damals nicht zu überwinden vermochten. Bei der Wiederaufnahme der seit längerer Zeit unterbrochenen Versuche sind wir indessen jetzt zum Ziele gelangt. Die Erhitzung nahmen wir, wie bei allen ähnlichen Versuchen in den von V. und C. Meyer beschriebenen Porcellanbirnen vor<sup>1)</sup>, welche mit der in der Abhandlung von V. Meyer und S. Pond<sup>2)</sup> abgebildeten Mahlmann'schen Fallvorrichtung verbunden war.

Da es bei der leichten Oxydirbarkeit des Zinks unumgänglich nothwendig ist, jede Spur von Sauerstoff auszuschliessen, so wird die Füllung des Apparates mit reinstem Stickstoff in der Kälte vorgenommen, der Apparat luftdicht verschlossen in den noch kalten Ofen gesetzt, und während das Gasentbindungsrohr unter eine Sperrflüssigkeit taucht, angewärmt.

Der Stickstoff wurde durch wiederholtes langsames Leiten über glühende Kupferdreispähne und Durchleiten durch Chromchlorür- und alkalische Pyrogallussäurelösung von jeder Spur Sauerstoff befreit.

Das Einleiten des Stickgases geschieht mittelst einer dünnen Röhre, welche durch den Hahn der Fallvorrichtung auf den Boden des Apparates geführt wird und oben durch einen Gummipropfen denselben luftdicht verschliesst, indem das Gasentbindungsrohr in die Sperrflüssigkeit taucht. Man leitet nun längere Zeit einen nicht zu

<sup>1)</sup> Diese Berichte XII, 1112.

<sup>2)</sup> Diese Berichte XVIII, 1624.

langsamen Strom trockenes Stickgas durch den Apparat, bis sicher alle Luft verdrängt ist (ca. 20 Minuten), zieht dann, ohne das Gasometer zu schliessen, die Röhre bis kurz über den Hahn heraus und verschliesst den Apparat durch Drehung desselben.

Das abgewogene compacte Zinkstückchen befindet sich ohne Eimerchen in dem kleinen, ebenfalls mit reinstem Stickstoff gefüllten Warteraum der Fallvorrichtung. Die Erhitzung der mit zwei übereinander gestülpten hessischen Tiegeln umgebenen Birne geschah in einem Schmelzofen, der mit dem Hauptschornstein des Laboratoriums in Verbindung steht und mit einer Mischung von Holzkohlen und Coke geheizt wird.

Der von uns benutzte Ofen hat einen Feuerraum von 640 mm Höhe und 330 mm Durchmesser; derselbe wird durch einen kreisförmigen Deckel von 460 mm Durchmesser und 80 mm Dicke verschlossen, welcher in zwei Hälften zerschnitten ist; die eine liegt fest und besitzt eine Durchbohrung, durch die der Hals des Porzellanapparates geht; die andere ist mit einem eisernen Bande und zwei Griffen versehen, so dass sie leicht verschiebbar ist und das Nachschütten des Heizmaterials gestattet. Das Zugloch befindet sich 50 mm unterhalb der festliegenden Deckelhälfte und besitzt einen Durchmesser von 140 mm und eine Höhe von 100 mm. Der Aschenraum, durch welchen auch die Luft Zutritt, ist so breit wie der Ofen und 250 mm hoch und lässt sich durch eine eiserne Thür fest verschliessen, um ein langsames Erkalten des Ofens und des darin befindlichen Apparates zu bewerkstelligen. Dieser sehr geräumige Ofen, — es ist derselbe, welchen Wöhler bei seinen Arbeiten über das Bor benutzt hat — ist in mancher Beziehung selbst dem so bequemen Perrot'schen Gasofen vorzuziehen. Er giebt, wenn man das Heizmaterial auf etwa die Hälfte herunterbrennen lässt, nachdem der Ofen längere Zeit bei ganzer Füllung in voller Glut erhalten worden, eine während längerer Zeit sehr constante Temperatur von ca. 1400°C. Durch den heftigen Luftzug in das Zugloch, ferner durch den sehr starken Deckel aus Chamotte und einen darüber angebrachten trichterförmigen Eisenblechschirm wird die Wärmeausstrahlung nach oben hin gänzlich vermieden. Irgend welche Belästigung durch Hitze ist in dem im Souterrain gelegenen Arbeitsraume nicht bemerklich.

Das Nachschütten des Kohlegemisches muss sehr vorsichtig und in kleinen Portionen geschehen, da die durch das kalte Heizmaterial bewirkte Abkühlung stets ein Zurücksteigen der Sperrflüssigkeit veranlasst, aus welchem Grunde das Gasentbindungsrohr an einer Stelle zu einer kleinen Kugel aufgeblasen sein muss. Erst wenn der Ofen bis in die Höhe des Zugloches geheizt ist, kann derselbe vollends gefüllt werden.

Dass bei dieser Art des Operirens — der beschriebenen Art der Stickstoffeinführung, der für diese Zwecke uns neuen Anwendung des Ofens und Heizmaterials etc. — dieselben Resultate gewonnen werden, wie V. und C. Meyer sie erhielten, beweisen Dichtebestimmungen mit reinem Schwefel, welche wir zur Controle und zu unserer Uebung anstellten, und welche zu den für die Molecularformel  $S_2$  berechneten Werthen führten.

Mit dem beschriebenen Apparate gelingt, wenn alle Vorbereitungen sorgfältig getroffen sind, die Dampfdichtebestimmung des Zinks mit der grössten Leichtigkeit. Das Metall verdampft rasch und regelmässig, und die Stickstoffentwicklung hört nach beendeter Verdampfung ebenso plötzlich auf, wie sie begonnen hat.

Um bei den Ablesungen des Stickstoffvolumens Meniscusfehler zu vermeiden, arbeiten wir stets in der Weise, dass wir zuerst einige Luftblasen in das Gasmessrohr eintreten lassen, dann den unteren Meniscus notiren und nach der Dampfdichtebestimmung wiederum den unteren Meniscus ablesen.

Versuch I wurde bei nicht voller — Versuch II bei ganzer Hitze des Ofens angestellt:

I. Substanz; 0.0238 Volumen: 8.2 Barometer: 736 mm; Temperatur  $7,80^\circ$  C.  
 II. » 0.0220 » 7.7 » 742 » »  $9^\circ$  C.

I. II.

Gefunden Dichte: 2.41. 2.36 pCt.

Diese Ergebnisse führen zu der Molecularformel Zn für das Zinck, welche den Werth 2.25 verlangt.

Sonach zeigen die drei bis jetzt einzig in Bezug auf ihre Dampfdichte bekannten Metalle: Quecksilber, Cadmium und Zink die gleiche Beziehung; ihre Moleküle bestehen aus je einem Atom.

Wir werden uns bemühen, noch andere Metalle dem Versuche zugänglich zu machen. Mit Magnesium haben wir bisher vielfach, aber immer erfolglos gearbeitet. Mit Stickstoff verbindet es sich bekanntlich, aber auch in Wasserstoff vermochten wir dasselbe nicht zu verdampfen. Dagegen hoffen wir mit dem Germanium, dessen Siedepunkt nach den Beobachtungen Winkler's dem des Zinks nahe zu liegen scheint, Erfolg zu haben.

Göttingen. Universitätslaboratorium.