

166. C. Böttinger: Ueber Dipyrogallopropionsäure.

(Eingegangen am 18. April.)

Die Eigenschaft des von den Herren O. Doebner und A. Förster (Ann. Chem. Pharm. 257, 62) beschriebenen Pyrogallol-Benzeins, sich in Alkalien mit prachtvoll kornblumenblauer Farbe aufzulösen, kommt auch der von mir gewonnenen und Dipyrogallopropionsäure genannten Substanz zu, über deren Darstellung und Eigenschaften ich in diesen Berichten XIII, 2404 eine Mittheilung veröffentlichte.

Die sogenannte Dipyrogallopropionsäure bindet ebenso wie das Pyrogallol-Benzein im Maximum 4 Acetylgruppen. Wird ihre rothe Lösung mit Zinkstaub und Essigsäure gekocht, so tritt Entfärbung ein und es entsteht die farblose Lösung der Hydroverbindung, welche aber sehr oxydabel ist, der Luft Sauerstoff entzieht und sich färbt. Wird diese Zinkacetat enthaltende, farblose Lösung mit überschüssiger ausgekochter Natronlauge versetzt, so bleibt sie zunächst farblos, absorbiert aber momentan Sauerstoff und wird blau.

Der farblose Hydrokörper dürfte die eigentliche Dipyrogallopropionsäure sein, der rothgefärbte Körper ist das um 2 Atome Wasserstoff ärmere Oxydationsproduct. Die Analyse des völlig anhydridischen Körpers hatte auch weniger Wasserstoff ergeben, als der Voraussetzung entsprach. (Siehe loc. cit. 2407.)

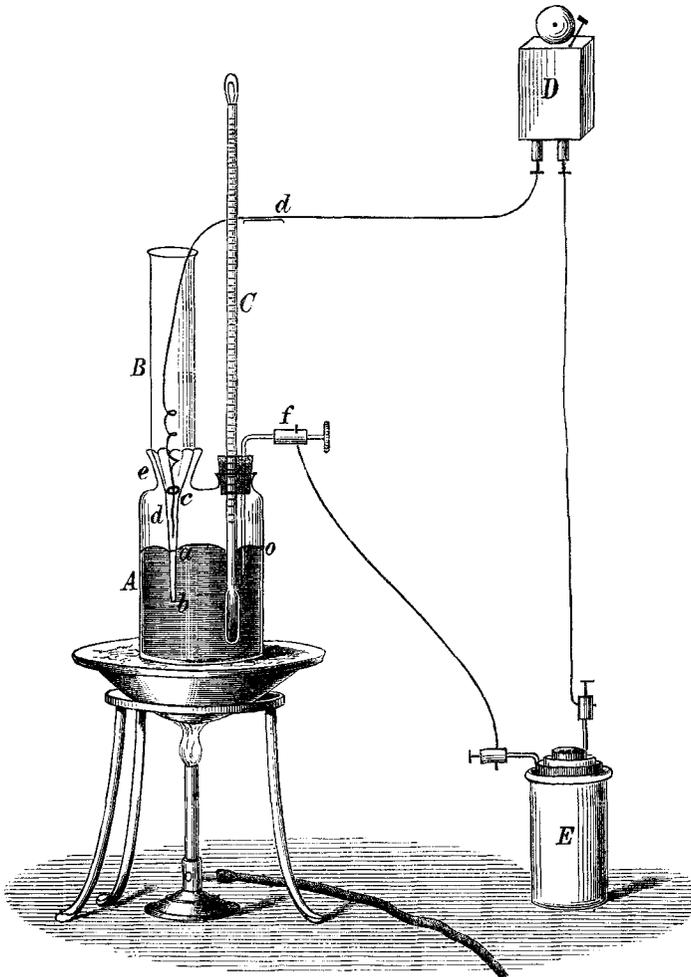
Worms, den 16. April 1890.

167. A. C. Christomanos: Ein neuer Apparat zur Bestimmung der Schmelzpunkte.

(Eingegangen am 15. April.)

Man hat es weder mittelst der üblichen Capillarröhren, noch mittelst der concentrirten Schwefelsäure als Erhitzungsmittel in der Hand, ganz genau den Moment des Flüssigwerdens der zu untersuchenden Substanz und die Temperatur beim Eintritt dieses Moments zu treffen. Es hängt eben so viel vom persönlichen Auffassungsvermögen, als auch von der leichteren oder schwierigeren Aenderung des Molecularzustandes der Substanz und der meist problematischen

homogenen Erwärmung des ganzen Schwefelsäurevolumens ab, den Schmelzpunkt stets genau zu ermitteln, und meist ist man im Zweifel darüber, ob auch wirklich der tropfbar flüssige Zustand eingetreten ist, indem nicht selten die noch nicht geschmolzenen Partien der Substanz mit den schon flüssig gewordenen eine visköse Masse bilden.



Gute Dienste leistete mir der vorstehende kleine Apparat, bei welchem die meisten der berührten Uebelstände ganz wegfallen. Bei demselben giebt ein elektrisches Lätewerk genau den Moment des Flüssigwerdens an, und die allmähliche Erhitzung der Substanz und des Thermometers wird durch Quecksilber vermittelt.

A ist ein cylindrisches Glasgefäß von 12 cm Höhe und 6 cm Durchmesser, das auf einem Sandbade oder im Luftbade erhitzt werden kann. Es hat zwei halsartige Oeffnungen, wovon die eine zur Aufnahme eines Korks dient, durch welchen ein Thermometer *C* und ein dicker Platindraht *f* gesteckt wird, während die andere sich nach unten konisch verjüngt und mit Rillen *e* versehen ist, um ein in eine lange Spitze *c a b* ausgezogenes Probirröhrchen *B* aufnehmen zu können.

Man füllt das Gefäß *A* mit reinem Quecksilber, so dass die Spitze *b* des Probirröhrchens etwa 2 cm tief (*a b*) unter das Quecksilberniveau *a o* eintaucht, und bringt nun die zu untersuchende Substanz in die Capillarspitze. Dies geschieht am einfachsten, indem man etwas von dieser Substanz in einem anderen Röhrchen vorsichtig zum Schmelzen bringt, die Capillarspitze in die Schmelze eintaucht und entweder durch Saugen oder durch Emporziehen eines die weite Oeffnung des Probirrohrs schliessenden Stöpsels eine Schicht von 0.5 bis 1.5 cm Höhe in die Spitze bringt. Man lässt hierauf die Schmelze erstarren, entfernt die aussen anhaftende Substanz und bringt das Probirrohr in seine Stellung auf den Hals *e*. Nunmehr füllt man den Raum *a c* über der Substanz tropfenweise mit Quecksilber an, so dass sich davon eine Schicht von 1.5 bis 2 cm über dem Niveau des Quecksilbers im Gefässe bildet, und führt einen dünnen Platindraht *d* durch das Quecksilber bis zur Substanz ein, dessen anderes Ende mit einem Lätewerk communicirt; den Platindraht *f* verbindet man mittelst eines Kupferdrahts mit dem andern Pol des Elements *E*.

Erhitzt man nun, so steigt die Temperatur des Quecksilbers in *A* successive und gleichmässig durch dessen ganze Masse, mithin wird auch das Thermometer und die den Contact der Quecksilbersäule *a c* mit dem Quecksilber des Gefässes *A* verhindernde Substanzschicht erhitzt, und nur im Momente des Flüssigwerdens dieser Schicht werden sich die Quecksilbersäulen vereinigen. Diesen Moment zeigt nun das Glockensignal an und man hat sodann nur die Thermometergrade abzulesen.

Bei Temperaturen über 250° ist der ganze Apparat unter einen gut ziehenden Schornstein zu stellen. Das Quecksilber des Gefässes ist von Zeit zu Zeit zu filtriren oder nach dem Erkalten durch Abheben von den obenaufschwimmenden Substanztheilchen, Fett, Krystallen u. s. w. zu reinigen. Selbstverständlich sind Versuche mit Substanzen, welche Quecksilber lebhaft angreifen, zu vermeiden, wie z. B. mit Kalium, Jod oder Jodtrichlorid. Mit Phosphor und Schwefel

gelingt jedoch der Versuch noch. Ich habe in diesem Apparat unter andern den Schmelzpunkt des Eises und des Salpeters (338°) bestimmt.

Athen. Universitätslaboratorium, Januar 1890.

Nächste Sitzung: Montag, 28. April 1890, Abends $7\frac{1}{2}$ Uhr,
im Grossen Hörsaale des chemischen Universitäts-Laboratoriums,
Georgenstrasse 35.
