

ist bedingt durch die vorhandene Gruppe  $\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}\cdot\text{CO}\cdot$  (aus Rubemann's Formel kann ich keinen Grund für das Eintreten der Eisenchloridfärbung entnehmen). Auch die starke Acidität kann nicht befremden, da schon die einfachen Isoxazolone starke Säuren sind (einzelne von ihnen lassen sich nur mit Mineralsäuren aus der alkalischen Lösung abscheiden); durch den Zutritt der Carboxäthylgruppe in  $\beta$ -Stellung muss — nach bekannten Gesetzmässigkeiten — der saure Charakter natürlich noch beträchtlich gesteigert werden.

### 263. Emil Fischer: Apparat zum gleichzeitigen Erhitzen und Bewegen von geschlossenen Glasröhren.

[Aus dem I. Berliner Universitäts-Laboratorium].

(Vorgetragen in der Sitzung vom Verfasser).

Der Vortheil mechanischer Bewegung bei vielen chemischen Operationen ist so allgemein anerkannt, dass Rührvorrichtungen und Schüttelmaschinen heutzutage zu den unentbehrlichen Hilfsmitteln der Laboratorien zählen. Bei den käuflichen Schüttelapparaten vermisst man indessen die Heizvorrichtung. Man kann zwar bei denselben leicht einen Blechkasten anbringen, welcher durch strömenden Wasserdampf erhitzt wird, so dass die darin befindlichen Gefässe bei  $100^{\circ}$  bewegt werden. Aber zum Erhitzen und gleichzeitigen Bewegen von geschlossenen Gefässen auf beliebige höhere Temperaturen fehlt bisher ein für Laboratorien geeigneter Apparat.

Diesen Mangel habe ich selbst sehr lebhaft bei synthetischen Versuchen in der Harnsäuregruppe empfunden, wo schwerlösliche Körper mit Flüssigkeiten bei höherer Temperatur nur durch andauerndes Schütteln zur Reaction gebracht werden konnten. Ich wurde dadurch veranlasst, ein Heizbad zu construiren, in welchem diese Bewegung stattfinden kann. Dasselbe hat sich bei längerem Gebrauch so gut bewährt, dass ich dasselbe für gleiche Zwecke empfehlen kann.

In der beistehenden Figur I ist  $a$  ein rechteckiges Kupfergefäss 60 cm lang, 27 cm breit und 43 cm hoch, versehen mit einem Deckel  $b$ , welcher 2 Tuben zur Aufnahme eines Thermometers und eines Gasregulators trägt. Dasselbe wird zu ungefähr  $\frac{3}{4}$  mit Oel oder einer anderen passenden Flüssigkeit gefüllt. Es steht auf einem starken eisernen vierfüssigen Gestell  $c$  und wird von unten geheizt. Bei der Grösse des Apparates ist es leicht, die Temperatur tagelang auf  $1-2^{\circ}$  constant zu halten. An dem Kupferbade sind aussen beiderseitig 2 Lager  $d$  angebracht, auf welchen die Bewegungsvorrichtung ruht. Der Verschluss an diesen Lagern ist, wie aus Figur II ersichtlich, so

eingerichtet, dass die Bewegungsvorrichtung sammt den darin befestigten Röhren jederzeit auch während des Erhitzens aus dem Bade herausgehoben werden kann. Die Bewegungsvorrichtung ist im Querschnitt in Figur III so dargestellt, wie sie im Bade ruht. Sie besteht aus einem Bügel, welcher mit 2 Achsen  $e$  auf den ausserhalb des Bades befindlichen Lagern ruht. Die Stange  $f$  dient zum festen Verbinde des Bügels und zum bequemen Herausnehmen. In dem mittleren Theile des Bügels  $g$  sind 4 Klemmschrauben (Figur IV) angebracht, in welche je eine Glasröhre, wie sie zum Erhitzen unter Druck dienen, eingelegt und zwischen drei kleinen Korkplatten durch Anziehen der Schrauben befestigt werden kann.  $h$  ist ein Gegengewicht, welches auf der den Rädern entgegengesetzten Seite des Bügels befestigt ist, um seine Lage während der Bewegung zu sichern. Der Bügel ist durch die knieförmige Transmission  $i$  mit den Rädern  $k$  und  $l$  in Verbindung gesetzt. Werden diese durch einen Motor gedreht, so wird der Bügel mit den darin befestigten Röhren in eine schaukelartige Bewegung gebracht. Um das zu ermöglichen, ist oben am kupfernen Bade ein bogenförmiger Einschnitt  $m$  beiderseitig angebracht, in welchem die oberen Kanten des Bügels hin und her gehen. Oeffnet man, nachdem der Deckel des grossen Bades entfernt ist, die Verschlüsse der beiden Lager und ebenso die in der Mitte befindliche Verbindung der knieförmigen Transmission  $i$ , so lässt sich der Bügel sammt den Röhren und dem dauernd befestigten Gegengewicht an der oberen Verbindungsstange aus dem Bade herausheben. Auf diese Weise kann man auch eine Veränderung des Röhreninhaltes jederzeit während der Operation erkennen. Als Motor genügt zum Betriebe des Apparates eine kleine Warmluftmaschine, zu deren Erhitzung eine halbe Bunsenflamme vollauf ausreicht. Hat man langsamer gehende Motoren zur Verfügung, so würde nur ein Rad zur Uebertragung der Bewegung auf den Bügel nöthig sein. Die Schaukelbewegung darf nicht zu rasch gehen — etwa 10 bis 15 Schwingungen in der Minute — und die Röhren sollen nicht mehr als  $\frac{3}{4}$  gefüllt sein, um ein starkes Hin- und Herfliessen des Inhaltes zu gestatten. Will man den Apparat für weniger als 4 Röhren einrichten, so können selbstverständlich Bügel und Bad schmaler sein; auch die Länge und Höhe lässt sich reduciren, wenn man die Glasröhren verkürzt. Bei den von mir angenommenen Massen ist die übliche Länge und Dicke der Einschmelzröhren maassgebend gewesen. Ist die Gefahr der Explosion ausgeschlossen oder sehr gering, so ist die hier gewählte Befestigung der Glasröhren am bequemsten. Im anderen Falle empfiehlt es sich, die Glasröhren in ein starkes Metallrohr einzulegen, welches durch Aufschrauben einer Kappe verschlossen wird. Dann ist es aber nöthig, die Capillare des Rohrs durch einen aufgesetzten Kork zu schützen und seine Lage im Metallrohr durch Einfüllen von Baumwolle oder Asbest oder durch andere

Vorrichtungen zu fixiren, damit bei der schaukelnden Bewegung keine Verletzung des Glases eintreten kann.

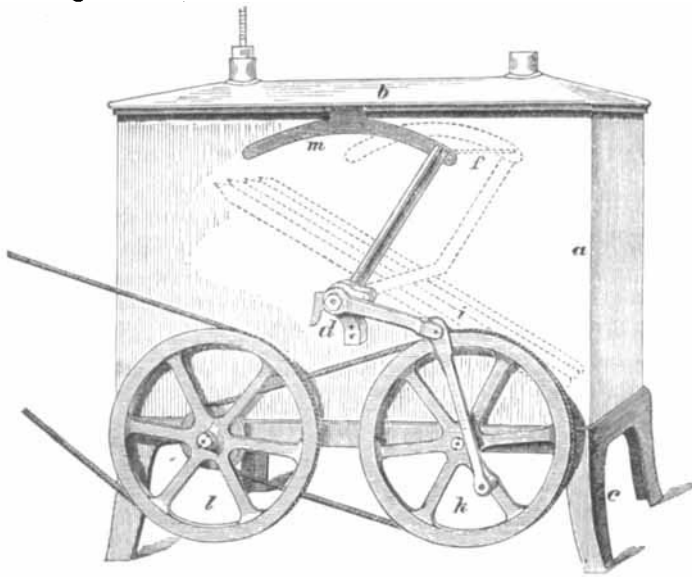


Fig. I.

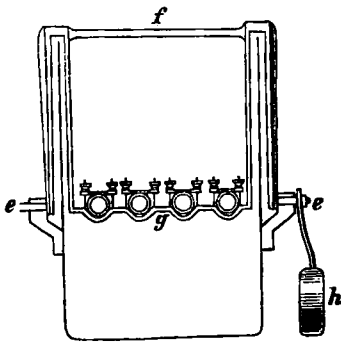


Fig. III.



Fig. II.

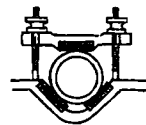


Fig. IV.

Der Apparat geht so ruhig und geräuschlos, dass er in jedem Raume aufgestellt werden kann. Selbstverständlich lässt sich derselbe auch als Luftbad benutzen oder die hier angegebene Bewegungsvorrichtung mit einem der bekannten Luftbäder combiniren. Ich gebe aber den Flüssigkeitsbädern den Vorzug, weil sie eine viel schärfere Einstellung der Temperatur gestatten.

Die Firma Max Kähler & Martini in Berlin wird den Apparat in den Handel bringen.