

hinzu, so färbt sie sich schmutzig rothviolett. Gold- und Platin-Chlorid scheiden selbst aus concentrirteren salzsauren Solutionen keine krystallinischen Niederschläge ab.

0.1642 g salzsaures Salz: 0.1677 g AgCl.

$C_8H_{10}O_2N_4 \cdot HCl + H_2O$. Ber. Cl 25.6. Gef. Cl 25.27¹⁾.

Tetrabenzoyl-3.6-dimethyldihydropyridazin-4.5-dicarbon-säurecyclohydrazid.

Diese Verbindung wird nach der Schotten-Baumann'schen Methode durch Einwirkung von Benzoylchlorid auf die stark alkalische Lösung des Bispyrazolons gewonnen. Das sich zunächst etwas schmierig ausscheidende Präparat lässt man unfiltrirt einen halben Tag lang stehen, saugt es dann ab, schlämmt den Rückstand mit Wasser an, giebt etwas Kalilauge hinzu, schüttelt gut durch, filtrirt auf's neue, wäscht mit Wasser aus und krystallisirt das Benzoylderivat aus heissem Alkohol um. Kleine, breite Nadeln, die bei 189—191° schmelzen. Sie sind in den gebräuchlichen organischen Solventien, mit Ausnahme von Ligroin, löslich.

0.1367 g Sbst.: 11.4 ccm N (17°, 736 mm). — 0.1348 g Sbst.: 0.3582 g CO₂, 0.0525 g H₂O.

$C_{36}H_{26}O_6N_4$. Ber. C 70.82, H 4.26, N 9.18.

Gef. » 70.60, » 4.2, » 9.36.

Bei einem Theil der Arbeit habe ich mich der eifrigen und sachgemässen Unterstützung meines Privatassistenten Hrn. Dr. Sautermeister zu erfreuen gehabt.

18. F. Krafft: Ueber Vacuumerzeugung ohne starkwirkende Pumpen oder flüssige Luft.

(Eingegangen am 14. December 1903.)

Nachdem meine Versuche die Vortheile des Arbeitens im Vacuum für zahlreiche Fälle genauer präcisirt hatten, äusserte sich das Interesse an diesem Gegenstand durch Mittheilung neuer Verfahren zur Vacuumerzeugung, von denen besonders dasjenige der HHrn. E. Fischer und C. Harries²⁾, sowie dessen für den kleineren Versuch bestimmte Modification des Hrn. E. Erdmann³⁾ Beachtung und Benutzung ver-

¹⁾ Die Analyse stammt von meinem früheren Privatassistenten Hrn. Dr. Oberheide.

²⁾ Diese Berichte 35, 2158 [1902]. ³⁾ Diese Berichte 36, 3456 [1903].

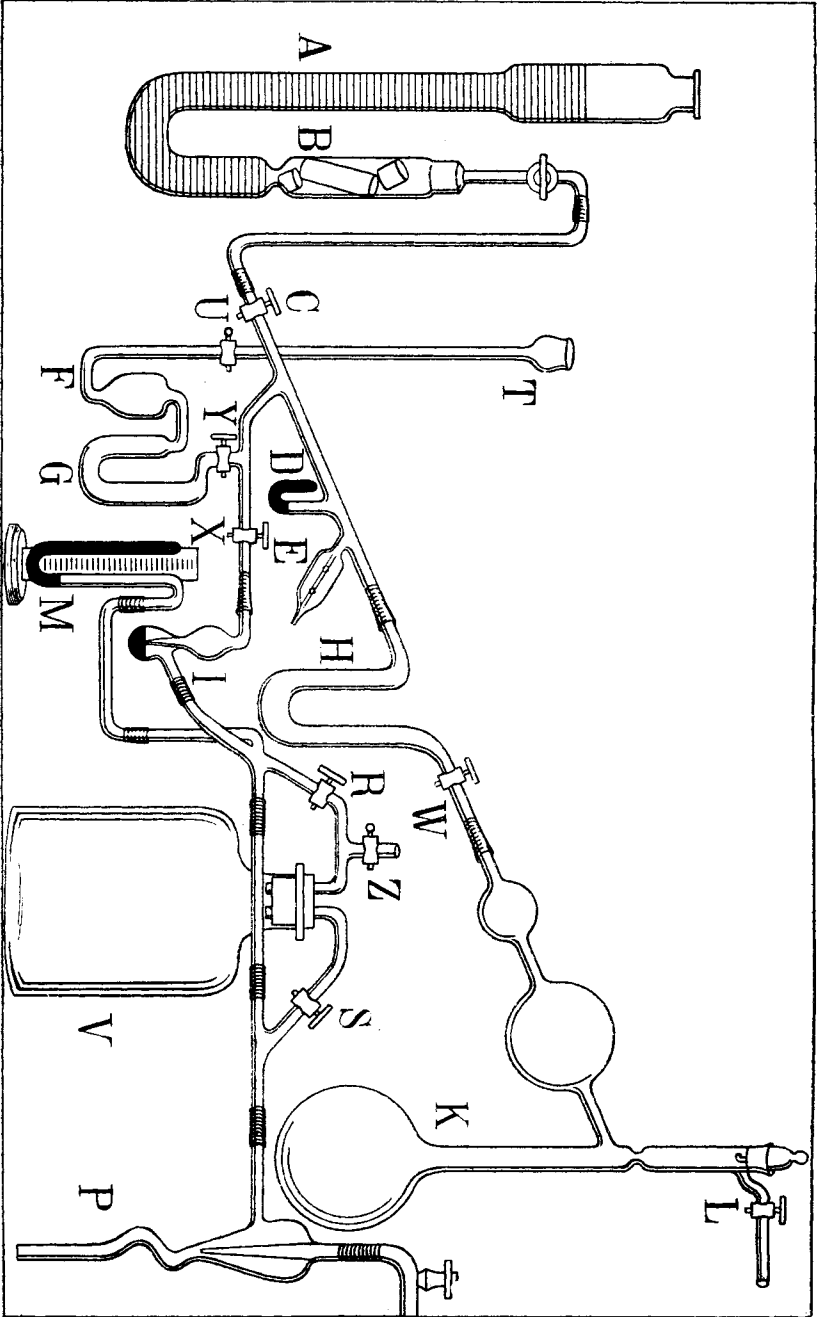
dienen werden. Es dürfte sich jedoch empfehlen, beim Betreten dieses Arbeitsgebietes immer in Betracht zu ziehen, dass in der Praxis niemals ein einziges Verfahren ausschliessliche Bedeutung erlangen kann, dass vielmehr je nach Art der vorliegenden Aufgabe das Eine oder das Andere derselben das zweckmässigere sein wird. Demgemäss muss zu Gunsten der bereits ziemlich verbreiteten Wasserquecksilberpumpen auch nach den Bemerkungen der Genannten betont werden, dass dieselben bei rein wissenschaftlichen Beobachtungen, namentlich bei der Feststellung neuer Constanten, durch die Bequemlichkeit und Sicherheit, mit der sie in tadellos schliessenden Apparaten das Vacuum des grünen Kathodenlichts liefern, einstweilen noch unentbehrlich sind. Für Geübtere kommt, wenigstens bei der von mir modificirten Babo-Pumpe, die auf einem schmalen Brett oder Holzstativ sicher befestigt und überall hintransportirt werden kann, die Zerbrechlichkeit kaum mehr in Frage, seitdem die Fallröhren aus weichem und elastischem Glase angefertigt werden; ich selbst habe inzwischen zwei solche Pumpen seit 6 Jahren, insgesamt mehrere tausend Stunden, benutzt oder benutzen lassen, ohne dass ein Springen der Fallröhre eingetreten wäre. Uebrigens sind die Fallröhren für eine solche Eventualität leicht, ohne Gebrauch einer Gebläselampe, gegen Ersatzstücke auszuwechseln. Gegen eindringende Dämpfe vom Destillations- oder Operations-Raum aus sichert man die Quecksilberpumpen hauptsächlich dadurch, dass jene Räume vollkommen luftdicht sind, da schon Luftmengen, die das Vacuum nur wenig beeinträchtigen, sofort Nebel bilden und diese durch zwischengeschaltete Condensatoren in die Pumpe mitreissen können; zu dem Zwecke verwende ich schon seit Jahren ausschliesslich Schliffe und Hähne, bei Zimmertemperatur mit einer Mischung von 2 Th. weissem Wachs und 1 Th. Wollfett gedichtet; Thermometer hängt man entweder an einem mit Haken versehenen, eingeschliffenen Glasstöpsel auf oder senkt sie in eine dünnwandige, unten geschlossene Glasröhre ein, die man leicht auch in die kleinsten Apparate einschmelzen kann. Das Einsetzen von Schliffen und Hähnen wird durch leichtes Anwärmen des äusseren Theils, wodurch das Dichtungsmittel vorübergehend erweicht, zu einer einfachen Manipulation. Wenn dann ein Raum von 1—1½ L, von Beginn der Arbeitsaufnahme an, in 20—30 Minuten bis auf grünes Kathodenlicht ausgepumpt wird, so ist das eine Arbeitsleistung, mit der man um so eher in zahlreichen Fällen rechnen kann, als man während dieser Zeit nur einige Hähne zu öffnen und zum Schluss noch einmal zu reguliren hat.

Freilich gehört zur Benutzung der Wasserquecksilberpumpen entweder eine gewisse Uebung oder Anleitung von sachkundiger Seite, und das bildet für den praktischen Chemiker auch nach meiner An-

sicht wohl öfter ein Hinderniss, das ihn von einem möglicher Weise nicht unwichtigen Einzelversuch im Vacuum abhalten wird. Dieser Umstand war bereits im letzten Wintersemester auch für mich der Grund, Hrn. O. Wittenstein (Diss., Heidelberg 1903) zur Ausarbeitung eines für jeden Chemiker zugänglichen und durchaus einfachen Vacuumverfahrens zu veranlassen, welches weder die Anwendung von starkwirkenden Pumpen, noch von flüssiger Luft erfordert, aber doch ohne besondere Hilfsmittel das Vacuum des Kathodenlichts zu erreichen gestattet. Da nun die zweifellos sehr wirksame flüssige Luft nur an einzelnen Orten zugänglich ist, hat eine kurze Mittheilung dieses einfachsten aller Vacuumverfahren auch nach der Veröffentlichung von E. Erdmann noch Interesse.

Füllt man einen durch gefettete Schiffe und Hähne vollkommen luftdicht verschlossenen Apparat, nachdem man ihn zunächst mittels einer Wasserstrahlpumpe möglichst entleert hat, zur Verdrängung der darin befindlichen und an den Wänden adsorbirten Luft, etwa vier Mal mit Kohlendioxyd, und pumpt dabei jedesmal mit der Wasserstrahlpumpe wieder bis auf 15–20 mm aus, dann kann man schliesslich das noch vorhandene, verdünnte und fast luftfreie Kohlendioxyd durch 50-procentige Kalilauge rasch entfernen, und den Wasserdampf durch Abkühlung der Kalilauge mittelst Eiskochsalzmischung, ganz vollständig durch festes Kohlendioxyd und Aether, condensiren. Man erhält so in kleineren und grösseren Apparaten das Vacuum des Kathodenlichts, aus dem sich die Kalilauge durch Schliessen eines Hahnes wieder ausschalten lässt. Das Verfahren führt ohne Vorarbeit durch eine Wasserluftpumpe nicht zum Ziel, denn nach unseren Erfahrungen giebt es kein Kohlendioxyd, das ohne Verdünnung von 760 mm auf ca. 15 mm und gleichzeitige Entfernung von ca. 98 pCt. der beigemengten Verunreinigungen im Stande wäre, ein Kathodenvacuum zu liefern.

Die beigegebene Figur (S. 98) zeigt eine der von uns benutzten Apparaturen. Aus dem Kohlendioxydentwickeler AB entweicht beim Oeffnen des Hahnes C Gas, aus verdünnter Schwefelsäure und geschmolzenem Natriumkaliumcarbonat, das meistens nicht getrocknet zu werden braucht und rasch den bereits auf ca. 15 mm entleerten Apparat anfüllt. In engen Theilen desselben, die nach oben gerichtet und geschlossen sind, verdrängt das Kohlendioxyd nur dann die Luft leicht, wenn man an deren Enden sich befindende Hähne vorübergehend öffnet (U und L). Nachdem der ganze Apparat mindestens viermal mit Kohlendioxyd gefüllt und dieses wieder bis auf einen Druck von 15 mm entfernt worden ist, füllt man das Gefäss F durch die Trichterröhre T theilweise mit frisch ausgekochter, concentrirter



Kalilauge, welche das noch vorhandene, stark verdünnte Kohlendioxyd rasch absorbiert. Das Vacuum wird controllirt durch ein abgekürztes Manometer D und ein Hittorf-Rohr E, welches Letztere nach Abkühlung des Gefässes F durch eine Kältemischung verschwindendes violettes Licht, bei Abkühlung durch festes Kohlendioxyd und Aether, die man auch an G vornehmen kann, dagegen grünes Kathodenlicht zeigt. Ein Syphon mit flüssigem Kohlendioxyd reicht zur Kühlung bei 10—12 grösseren Operationen aus.

Das Evacuiren selbst geräumiger Apparate bis zum Auftreten des Kathodenlichts in E nimmt nur 15—30 Minuten in Anspruch, wenn man das jedesmalige Auspumpen des Kohlendioxyds durch ein Vacuumreservoir V unterstützt. Dieses evacuirt man bis auf ca. 20 mm immer zwischendurch, während der Apparat gleichzeitig wieder mit Kohlendioxyd aus dem Entwickler AB (bei sehr grossen Gefässen aus einem Syphon) sich füllt. Dann saugt man das Kohlendioxyd anfangs zugleich durch das Vacuumreservoir und die Wasserstrahlpumpe ab, schaltet aber das Erstere durch Schliessen der beiden Hähne R und S sofort aus, wenn man ein Nachlassen seiner Wirksamkeit am Manometer M bemerkt, und evacuirt weiter auf 15—20 mm mittels der Wasserstrahlpumpe allein.

Vor Abstellen der Wasserluftpumpe P schliesst man den Hahn X und öffnet Z; das kleine Quecksilberventil I verhindert vorher jeden Rücktritt von Gas in den inneren Apparat.

Der vollkommen luftdichte Zusammenhalt eines Apparates an den Schliffstellen lässt sich gegen stärkere Erschütterungen dadurch sichern, dass man an die Glasröhren zu beiden Seiten eines jeden Schliffes kleine Glashaken anschmilzt und über diese elastische Gummiringe spannt.

Ein solcher Apparat hält im Sommer das Vacuum des Kathodenlichts stunden-, ja tage-lang. —

Die bei Destillationen oder Sublimationen in diesem Apparat gemachten Beobachtungen stimmten bei gleich gutem Vacuum natürlich mit denjenigen überein, in welchen die Quecksilberpumpe gedient hatte. Bei wiederholter Benutzung der Apparatur habe ich indessen die Erfahrung gemacht, dass der auf beide Methoden eingewöhnte Arbeiter bei kleineren Operationen die Quecksilberpumpe vorzieht. Verursacht doch, wie bemerkt, diese Letztere nicht viel mehr Arbeit, als jede Wasserstrahlpumpe.

In manchen Fällen, beispielsweise bei starken Basen, verbietet sich die Benutzung des Kohlendioxyds von selbst. Dass man sich aber in geeigneten Apparaturen schon durch Verdampfen ätherischer Lösungen, mit oder ohne flüssige Luft, ein sehr gutes Vacuum ver-

schaffen kann, ist nach dem Mitgetheilten selbstverständlich. Zur Verdrängung der Luft und Erzielung des Kathodenvacuums kommen nach meinen Erfahrungen auch noch andere Gase oder Dämpfe, wie Sauerstoff oder Wasserdampf unter dem verminderten Druck der Wasserstrahlpumpe, in Betracht.

An Mitteln zur Erzeugung eines sehr guten Vacuums mit länger bekannten Hilfsmitteln ist sonach kein Mangel, und man wird im Falle des Bedarfs je nach Umständen das eine oder das andere derselben bevorzugen können.

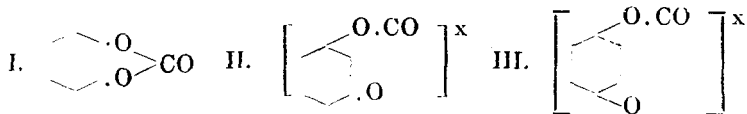
Heidelberg, Laboratorium des Prof. F. Krafft.

19. A. Einhorn, J. Cobliner und H. Pfeiffer:
Ueber das Pyrogallol.

[Mitth. aus dem Labor. der kgl. Akademie der Wissenschaften zu München von A. Einhorn.]

(Eingegangen am 24. December 1903.)

Das Studium der Carbonate der Phenole hat sich bisher nur auf die ein- und zwei-werthigen Phenole erstreckt und zu dem Resultat geführt, dass die einwerthigen Phenole ausschliesslich Carbonate der Formel $\text{CO} \begin{matrix} \text{OR} \\ \text{OR} \end{matrix}$, die zweiwerthigen hingegen bei Ortho-Stellung der Hydroxylgruppen monomolekulare innere Carbonate I, bei Meta- und Para-Stellung aber polymolekulare Carbonate II und III bilden¹⁾. Es hat sich namentlich beim Studium des Pyrogallols nun auch gezeigt,



dass die Trioxybenzole befähigt sind, Carbonate zu liefern. Während die Theorie zwar die Existenz einer ganzen Reihe von Pyrogallolcarbonaten möglich erscheinen lässt, ist es uns indessen bisher bei der Einwirkung von Phosgen auf Pyrogallol nur gelungen, zwei derselben darzustellen, nämlich das innere Pyrogallolcarbonat IV, welches in der Folge kurzweg als Pyrogallolcarbonat bezeichnet werden

¹⁾ Vergl. A. Einhorn, Ann. d. Chem. 300, 135.