

142. J. W. Brühl: Ueber einen Schüttel- und Rühr-Apparat.

(Eingegangen am 19. Februar 1904.)

Bei Gelegenheit metallorganischer Synthesen ergab sich mir häufig die Nothwendigkeit, das Zusammenballen des angewandten Ziuk- oder Natrium-Staubes oder des Magnesumpulvers und das Conglomeriren mit festen Reactionsproducten, wodurch unangenehmes Stossen bewirkt und die Vollendung der Umsetzungen unmöglich gemacht wurde, zu verhindern. Es musste also für ein continuirliches Durchmischen der Ingredientien während der Einwirkung gesorgt werden. An Schüttel- und Rühr-Apparaten ist nun zwar durchaus kein Mangel, allein für meine Zwecke war keiner der mir bekannten brauchbar. Denn hier handelte es sich um das Durchmischen von Reagentien während des Kochens in ätherischen oder anderweitigen, auch hochsiedenden Lösungsmitteln, bei allmählichem Zufügen eines oder mehrerer Reactive im Laufe der Operation — also beim Arbeiten in mit Rückflusskühlern versehenen Glaskolben, welche den Gang der Umsetzung mit dem Auge zu verfolgen gestatteten. Hierzu geeignete Mischapparate gab es bisher nicht, wenigstens habe ich solche nirgends beschrieben gefunden. Ich fertigte sie mir daher mit den Hilfsmitteln des Laboratoriums zunächst selbst an, und nachdem sie sich während eines längeren Gebrauchs bewährt hatten, liess ich sie nach mancherlei Abänderungen in der nachstehenden Form von der hiesigen Firma C. Desaga herstellen. Diese im Folgenden beschriebenen, lediglich für den üblichen Kleinbetrieb des Laboratoriums berechneten Apparate sind compendiös und an jedem Platze aufstellbar, dabei so einfach, dass sie von jeder Werkstatt zu billigem Preise angefertigt werden können. Ich glaube daher, durch vorliegende Mittheilung manchen Fachgenossen eine nicht unwillkommene Bereicherung des experimentellen Werkzeugs bieten zu können.

In Fig. 1 (S. 919) ist der Schüttelapparat in perspectivischer Ansicht abgebildet, und zwar der obere, wesentliche Theil, das mit Schnurrad gekuppelte Excenter in ungefähr $\frac{3}{4}$ der natürlichen Grösse, der untere Theil, die Axen-Führung und Lagerung in natürlicher Grösse. Dieser untere Theil ist zu anderem Zwecke und in etwas anderen Dimensionen in Fig. 4 (S. 923) im senkrechten Schnitt gezeichnet.

Der obere Theil des Apparates besteht aus einer flachen, trommelförmigen Messingbüchse, welche oben durch einen aufgeschraubten Deckel *D* geschlossen, unten aber offen ist. Um diesen Hohlkörper ist ein in einer Nut gleitender Messingring *R* gelegt, welcher die eingeschraubten und angelötheten Oesen *o* trägt. Die Büchse ist excentrisch durchbohrt und mit einem in der Mitte gelochten Schnurrad

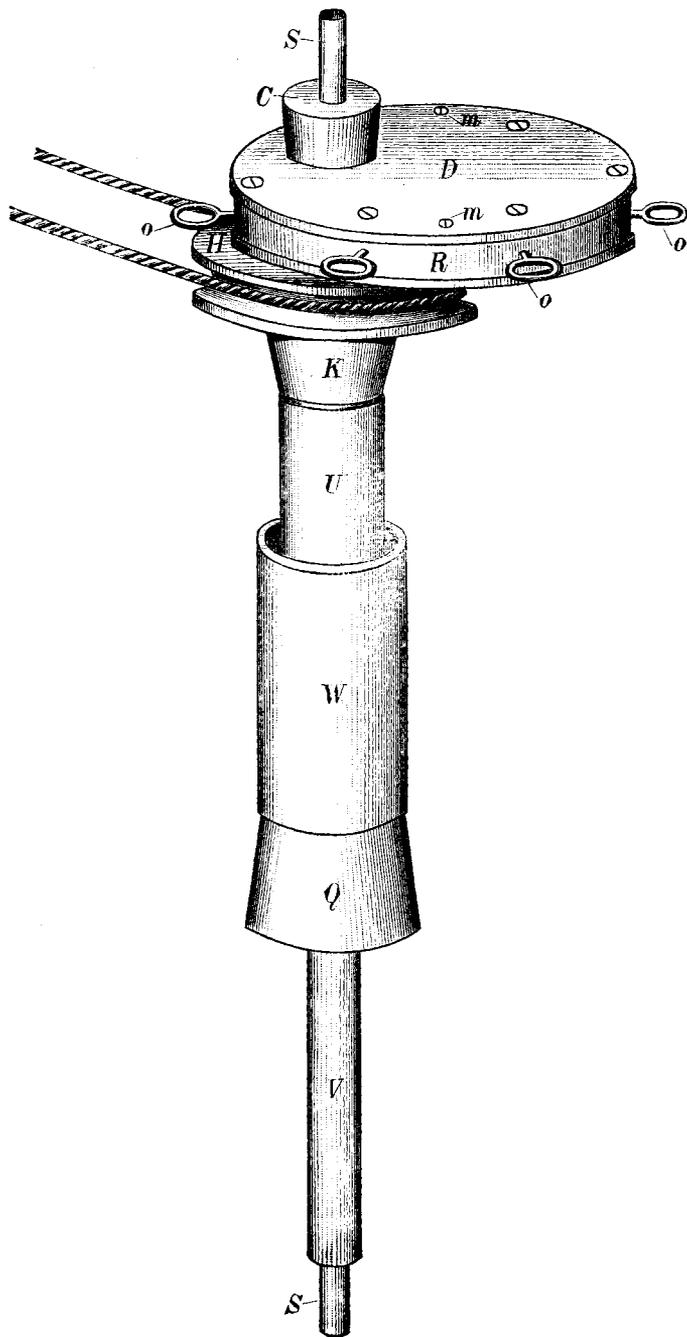


Fig. 1.

aus Hartholz *H* fest verbunden. In der gemeinsamen Durchbohrung ist die Axe des Apparates, der glatte Messingstab oder das glatte Messingrohr *SS*, mittels des Kautschukstopfens *C* befestigt.

In Fig. 2 ist das Excenter sammt Schnurrad, von der Axe abgenommen und von der Deckplatte befreit, abgebildet, und zwar in natürlicher Grösse. Man sieht, dass die Schnurrolle *H* von unten her

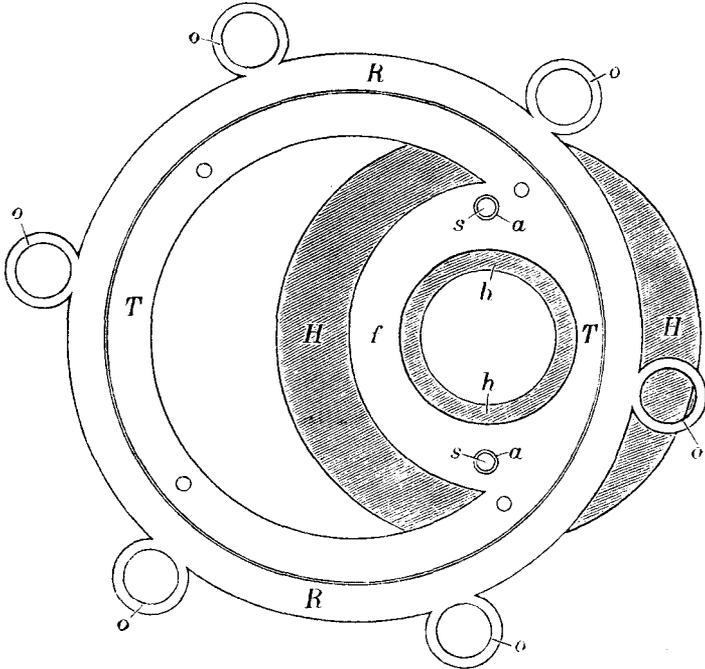


Fig. 2.

mittels zweier Schrauben *ss* auf dem Excenter festgehalten wird. Diese Befestigung geschieht mittels des an die Trommelwand *T* excentrisch angeschlossenen kleineren Reifsegments *f*. Trommelwand *T* und Reifsegment *f* bestehen aus einem Stücke in Messingguss. Das Reifsegment ist an zwei gegenüberliegenden Stellen mit Schraubengängen *aa* versehen, in welche die Schrauben *ss* des Schnurrades hineinpassen.

Fig 3 (S. 921) giebt einen senkrechten Schnitt des Excenters und Schnurrades in natürlicher Grösse. Man sieht, dass das Holz des Schnurrades *H* sich nach oben in einer Hülse *h* fortsetzt, welche sowohl die Stabilität der Verbindung mit dem Excenter erhöht, als auch für die Befestigung der Axe durch den Kautschukstopfen *C* (Fig. 1) die

nöthige Reibungsfläche darbietet. Aus der Zeichnung in Fig. 3 ist ferner die Befestigung der Deckplatte *D* auf der Trommelwand *T* und die Art der Führung des äusseren Gleitringes *R* mit den Oesen *o* zwischen Deckplatte *D* und Trommelwand *T* deutlich zu erkennen.

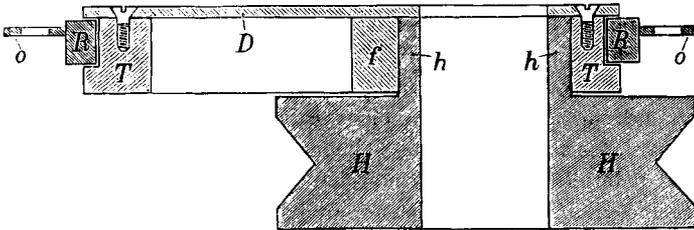


Fig. 3.

Zur Oelung des Gleitringes *R*, welcher möglichst wenig Reibung verursachen soll, befinden sich in der Deckplatte an zwei gegenüberliegenden Stellen kleine, conisch gebohrte Löcher *mm* (Fig. 1), durch welche ein Tropfen reinen Paraffinöls eingeführt werden kann.

Führung und Lagerung der Axe des Apparates ergeben die Figuren 1 und namentlich 4. Man sieht, dass die Lagerung der Axe mittels des Rohres *U* geschieht, welches auf einer in der Mitte durchbohrten Metallscheibe *ii* rotirt. Die Axenföhrung besorgt das Rohr *V*, während das Rohr *W* nur als Oelreservoir und zur Befestigung des Apparates am Stativ dient. In das Reservoir wird Paraffinöl in ein paar Millimeter hoher Schicht gegossen, nicht mehr, da es sonst herausgeschleudert wird. Die Föhr- und Lager-Vorrichtung wird mittels der Röhren *V* und *W* an ein Stativ angeklammert, welches sehr stabil zu befestigen ist.

Setzt man nun die Schnurrolle durch einen Kleinmotor in Bewegung, so wird das angekuppelte Excenter mit rotiren. Wird aber der äussere Gleitring an irgend einer Oese mittels einer Schnur lose gehalten, so wird er, wie leicht ersichtlich, keine kreisenden, sondern in der Wagerechten hin und her oscillirende Bewegungen ausföhren. Verbindet man aber die Oese durch eine Schnur mit einem federnd aufgehängten Gefäss, so wird dieses kräftig hin und her geschüttelt werden, und man kann die Amplitude dieser Bewegungen durch die verschiedene Spannung der Schnur und die Geschwindigkeit der Excenterrotation reguliren. Der Apparat kann sowohl zum Schütteln eines einzelnen Gefässes, als auch mehrerer gleichzeitig angewandt werden, indem man eine oder mehrere Oesen des Excenters benutzt. Es können so 6 bis ca. 1 L fassende Kolben zusammen kräftig geschüttelt werden, und die Leistungen des kleinen Apparates sind ge-

radezu erstaunlich. Wendet man Gefässe geringerer Dimensionen an, so genügt als Motor das kleinste Modell der Rabe'schen Turbine, bei stärkster Inanspruchnahme reicht aber das nächst grössere Modell vollkommen aus.

Es ist nun noch einiges über die Art der Aufhängung der Reaktionsgefässe zu bemerken. Ich wende Rundkolben an, welche mittels eines weichen Korkes (nicht Kautschuk) mit einem aufrechten Liebig'schen Kühler verbunden werden, der 60—70 cm lang ist und nur am obersten Ende an die Stange eines ca. 1 m hohen Stativs angeklammert wird. Auf diese Weise befindet sich der Kolben in einer vorzüglich federnden Lage, was für eine gute Leistung des Schüttelapparates eine Hauptbedingung ist. Man kann den Kühler ziemlich locker zwischen die Backen der Rundklammer einspannen und bewirkt die stabile Verbindung mit der Stativstange durch eine kräftige Schnur, welche in ihrer Mitte um die untere Einschnürung des Kühlers geschlungen und deren beide Enden oben an der Klammer des Stativs festgebunden werden. Man steckt nun zwischen die parallelen Schnurstücke ein Holzstäbchen wagerecht hinein und dreht sie mittels desselben so lange um einander, bis sie eine einzige zusammengeflochtene und ganz straff gespannte Schnur bilden, und legt dann das Stäbchen an dem Kühlermantel an. Der Kühler ist dann in einer ähnlichen Weise federnd an das Stativ gespannt, wie die Klinge einer Säge straff gezogen wird. Da somit ein festes Einklammern des Kühlermantels unnöthig ist, kann man ganz gut einen gewöhnlichen Glasmantel benutzen. Immerhin ist es, wenn der Apparat dauernd benutzt werden soll, gerathen, den Kühlermantel aus Zinkblech herzustellen.

Eine einfache Verbindung des Reaktionskolbens mit dem Kühlrohr mittels des Korkes würde ungenügend sein, da bei den heftigen Schüttelbewegungen der Kolben unfehlbar sehr bald abgerissen würde. Man muss demnach den Kolben an den Kork federnd anpressen, und dies geschieht ebenfalls in der oben beschriebenen Weise, wobei die Schnurmitte um den Kolbenhals geschlungen und die beiden Enden über dem Wasserzulaufrohr des Kühlermantels festgebunden werden. Das Zusammenflechten und Spannen der Schnur erfolgt wie angegeben. Der Kork wird nun noch, um ihn absolut luft- und wasserdicht zu machen, mit Collodium überzogen.

Die Erhitzung der Reaktionskolben geschieht im Luftbade, durch untergestellte tellerförmige oder kugelsegmentige Metallschalen. Man könnte natürlich, wenn die Schalen geräumig genug sind, auch Flüssigkeitsbäder anwenden, doch habe ich dies nie für nöthig befunden, wenn für einen gehörigen Abstand des Kolbens von dem Boden des Luftbades gesorgt wird.

Nachdem nun alles vorgerichtet ist, schlingt man eine Schnur um den unteren Theil des Kolbenhalses, verbindet dieselbe mit einer der Oesen des Excenters des Schüttelapparates und setzt den Motor in Bewegung. Der Apparat kann Tag und Nacht ohne Beaufsichtigung im Gange bleiben.

Da nur der untere, pendelnde Theil des Kühlers mit dem Reaktionskolben starke Oscillationen macht, der obere aber sehr wenig bewegt wird, kann man während des Schüttelns mit aller Bequemlichkeit feste und flüssige Reagentien durch das obere Kühlerende einführen und dasselbe auch mit einem Tropftrichter versehen.

Soll die Durchmischung von Reagentien in umfangreicheren Kolben stattfinden, namentlich bei Ausscheidung dickbreiiger Massen während der Umsetzungen, dann genügt der beschriebene Schüttelapparat nicht mehr, und es ist zweckmässiger, einen kräftigen Rührapparat anzuwenden.

Einen solchen, ebenfalls für Erhitzung in Rundkolben mit Rückflusskühlung eingerichteten Apparat zeigt in den Haupttheilen die Fig. 4. Die Drehungsaxe bildet hier der Rührer

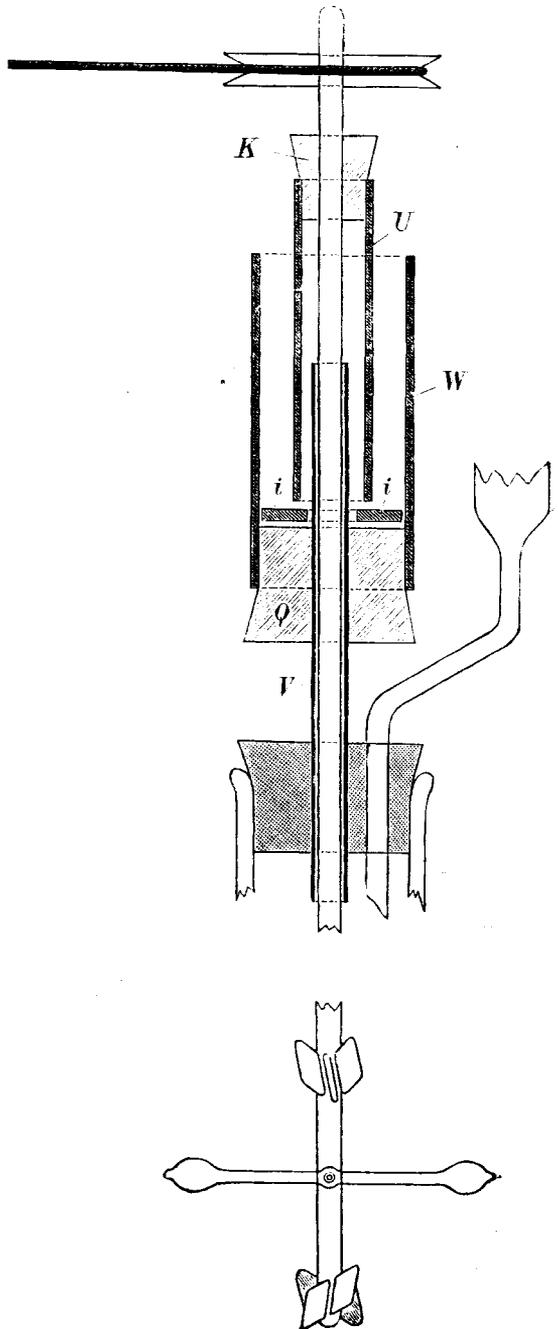


Fig. 4.

selbst, dessen Construction mit dem beweglichen Querbalken und den oben und unten entgegengesetzt gestellten Propellerflügeln sich namentlich für zähe und breiige Massen vorzüglich bewährt hat. Bei Anwendung von Reagentien niederen Kochpunktes hat man für ein möglichst schwaches Sieden zu sorgen, damit keine Dämpfe durch das Führungsröhr *V* entweichen. Alkohol oder Benzol kann hier noch mit einiger Vorsicht ganz bequem als Reaktionsmedium benutzt werden, und es genügt meist als Dichtungsmittel Paraffinöl. Aber es kann zu diesem Zwecke auch Quecksilber in das Röhr *W* gegossen werden, in diesem Falle müssen die Metallröhren *U*, *V*, *W* selbstverständlich vernickelt oder aus Eisen sein. Die einzelnen Theile des Apparates sind in Fig. 4 in ungefähr $\frac{2}{3}$ natürlicher Grösse dargestellt, mit Ausnahme der Röhre *U* und *W*, deren Dimensionen annähernd den natürlichen entsprechen.

Heidelberg, Februar 1904.

143. August Klages: Zur Kenntniss der Styrole.

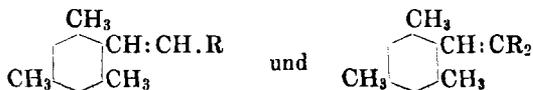
[IV. Mittheilung.]

(Eingegangen am 9. Februar 1904.)

Ch. Stamm: Styrole der Mesitylenreihe.

Die Sonderstellung, die das Mesitylen in mancherlei Hinsicht im Gegensatz zu anderen, nicht symmetrisch gebauten Benzolkohlenwasserstoffen einnimmt, findet sich auch bei den Mesitylstyrolen wieder, Kohlenwasserstoffen, die sich vom Mesitylen durch Einführung ungesättigter Reste ableiten.

1³-alkylirte Mesitylstyrole der Formel:



bilden sich aus den Carbinolen der Mesitylketone $(\text{CH}_3)_3\text{C}_6\text{H}_2 \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{R}$ nach der bekannten Methode durch Erhitzen ihrer Chloride mit Pyridin¹⁾.

¹⁾ A. Klages, diese Berichte 35, 2245, 2633, 3506 [1902].