

aus zwei einfachen Aminophenylacridin-Molekülen durch Kondensation unter Verlust je eines Wasserstoffatoms gebildet habe.

Das Sulfat ist in Wasser unlöslich. Es scheidet sich auf Wasserzusatz aus der schwefelsauren Lösung der Base völlig als feines, dunkelrotes Pulver aus. Etwas löslich in siedendem Wasser mit weinroter Farbe ist das Chlorhydrat, welches zur Analyse bei 120° getrocknet wurde.

$C_{28}H_{28}N_4Cl_2$. Ber. Cl. 11.62. Gef. Cl 11.36, 11.34.

Mülhausen i. E., 8. November 1908. Städt. Chemie-Schule.

640. Philip Blackman: Eine neue Methode zur Bestimmung von Dampfdichten.

[Teil IV.]

(Eingegangen am 5. November 1908.)

Die im Nachstehenden beschriebene Methode stellt nur eine weitere Ausbildung der von mir schon früher¹⁾ veröffentlichten dar, besitzt aber den wesentlichen Vorteil, daß bestimmte Schwierigkeiten beim Abmessen des Luftvolumens im Rohr, sowie auch bei der Anbringung von hierdurch notwendig werdenden Korrekturen in den Berechnungen nunmehr fortfallen. In gewissem Sinne stellt mein Verfahren eine Modifikation oder Abänderung des bekannten Hofmanschen Apparates dar.

Ein weites, an seinem oberen Ende geschlossenes Rohr *A* (vergl. Fig. 1) wird mit trockenem und reinem Quecksilber gefüllt, wobei man alle etwa eingeschlossenen Luftblasen sorgfältig entfernt. Das kleine, mit Stopfen versehene Wägeröhrchen ist behufs vollständiger Ausschließung der Luft ganz mit Substanz angefüllt und wird auf die Oberfläche des Quecksilbers im Rohr *A* gelegt. Dann preßt man in das Rohr einen Kautschukstopfen hinein, durch welchen ein U-förmig gebogenes, ganz enges Glasrohr führt. Durch das Einführen des Stopfens in den Hals *B* des Rohres wird das Wägegläschen nach innen gedrückt, gleichzeitig fließt das überschüssige Quecksilber durch das Capillarrohr ab, wobei es letzteres vollständig anfüllen soll. Die beiden Röhren werden auf diese Weise ohne Schwierigkeit vollkommen luftfrei erhalten. Der Stopfen wird unter Zuhilfenahme des umgebogenen Randes *B* von *A* durch Ligaturen fest mit diesem Rohr verbunden. Hiernach dreht man *A* herum und trägt — erforderlichenfalls durch vor-



Fig. 1.

¹⁾ Diese Berichte 41, 768, 881, 1588, 2487 [1908].

sichtiges Klopfen an der Rohrwand — dafür Sorge, daß das Wä-
gläschen in diesem Rohr emporsteigt. A wird dann mit einem passenden

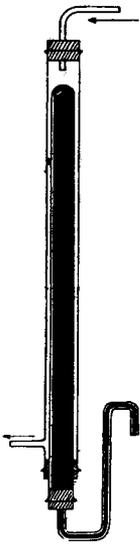


Fig. 2.

Heizmantel umgeben und im Dampf einer Flüssigkeit er-
wärmt, deren Siedepunkt etwas höher liegt, als die Tempe-
ratur, bei welcher die für den betreffenden Versuch be-
nutzte Substanz verdampft (Fig. 2). Sobald das Volumen
des Dampfes im Rohr A konstant geworden ist, vermerkt
man den Stand des Quecksilber-Meniscus und stellt
gleichzeitig die Höhendifferenz m zwischen den Queck-
silber-Meniscen im Meßrohr und im U-Rohr fest. Ist
der Versuch beendet, so wird das Meßrohr wieder um-
gedreht, das Quecksilber ausgeschüttet und dann, ohne
daß man das Wägeröhrchen herausnimmt, aus einer
Bürette soviel Wasser einfließen gelassen, bis der Stand
des Quecksilber-Meniscus am Schluß des Versuches er-
reicht worden ist. Das hierzu erforderliche Volumen
Wasser ist dann gleich dem Volumen des von der
Substanz entwickelten Dampfes.

Wenn die Substanz in Dampf überzugehen beginnt,
fängt man das durch die Capillare ausfließende Queck-
silber in einem Bechergläschen auf.

Es sei:

w = Gewicht der Substanz,

v = Volumen des Dampfes,

p = Luftdruck,

m = Differenz in dem Stand des Quecksilbers in A und dem Capillarrohr,

t = Temperatur des Heizdampfes;

die Dampfdichte berechnet sich dann aus der Formel $\frac{31\,068\,w\,(273 + t)}{(p \pm m)v}$.

Hierbei ist m als positiv einzusetzen, wenn das Quecksilber im Meßrohr tiefer steht, als im U-Rohr, als negativ aber, wenn das Quecksilber im U-Rohr tiefer steht als im Meßrohr; liegen die Quecksilber-Meniscen in beiden Röhren zufällig gleich hoch, so wird $m = 0$.



Fig. 3.

Der im Voranstehenden beschriebene Apparat ist sehr
billig und gleichzeitig doch bequem zu handhaben; er
arbeitet schnell und gibt sehr genaue Resultate.

Figur 3 erläutert, wie man das Meßrohr ans einem
dickwandigen Reagensglas herstellen und in einem tiefen
Becherglase erhitzen kann. Diese einfachere Modifikation
meines Apparates läßt sich jedoch nur unter folgenden
Einschränkungen anwenden: 1. die Heizflüssigkeit darf
den Stopfen nicht angreifen, und 2. die zum Vergasen
der Substanz erforderliche Temperatur darf nicht so
hoch liegen, daß der Kautschuk durch die Wärme-

wirkung leidet. Von den in der Tabelle am Schluß mitgeteilten Resultaten wurden die beiden an letzter Stelle aufgeführten unter Verwendung dieses vereinfachten Apparates erzielt.

Ist das Meßrohr von seinem geschlossenen Ende ab in Kubikzentimeter eingeteilt, so kann das Volumen des Dampfes — nach Abzug der für das Wägegöläschen anzubringenden Korrektur — direkt abgelesen werden.

Wird das kurze U-Rohr mit Hilfe eines Stückchens Druckschlauch mit einem weiten Rohr in Verbindung gebracht, so läßt sich m in der Weise variieren, daß man in letzteres Rohr wechselnde Mengen Quecksilber eingießt (vgl. Fig. 4). Diese Möglichkeit wird sich besonders dann nützlich erweisen, wenn eine so große Menge Substanz für den Versuch benutzt wurde, daß deren Dampf bei verhältnismäßig niedrigem Druck ein größeres Volumen einnehmen würde, als ihm im Meßrohr zur Verfügung steht (vgl. die Versuche Nr. 1, 2, 9 und 11 der Tabelle).

Handelt es sich um Bestimmungen, die besonders genau ausfallen sollen, so müssen Korrekturen für folgende Faktoren angebracht werden: a) für den Dampfdruck des Quecksilbers oberhalb 100° , b) für die Krümmung des Quecksilber-Meniscus, c) für die Ausdehnung des Quecksilbers und d) für die Ausdehnung des Glases.

Bei den in der folgenden Tabelle zusammengestellten Resultaten betrug die durchschnittliche Dauer eines Versuches ungefähr 60 Minuten; die Temperatur von 100° wurde mittels Wasserdampf, die von 80° mittels Benzoldampf erreicht.

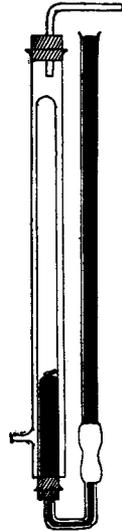


Fig. 4.

Substanz	w g	t °C	p mm	m mm	v ccm	Dampfdichte	
						gef.	ber.
CH ₃ .OH	0.0842	100	761	+ 405	51.6	16.23	16.00
C ₂ H ₅ .OH	0.0869	100	761	+ 278	42.9	22.59	23.00
C ₆ H ₆	0.0809	100	768	+ 32	30.0	39.06	39.00
CS ₂	0.0865	100	760	+ 33	33.7	37.48	38.06
C ₂ H ₄ Cl ₂	0.0821	100	759	— 13	26.3	48.49	49.45
(C ₂ H ₅) ₂ O	0.0847	80	758	— 43	35.1	37.01	37.00
CO (CH ₃) ₂	0.0839	80	760	— 48	44.7	28.91	29.00
CH ₃ J	0.0877	80	760	— 94	20.3	71.14	70.93
CH ₃ .CN	0.0842	100	763	+ 360	40.2	21.62	20.52
CCl ₄	0.0812	100	763	— 163	20.1	78.02	76.90
CHCl ₃	0.0878	100	764	— 47	24.1	58.88	59.67
CH ₃ .CO ₂ .C ₂ H ₅	0.0870	100	760	— 20	32.3	42.18	44.00
C ₂ H ₅ J	0.0812	100	764	+ 93	14.3	76.78	77.92
C ₂ H ₅ Br	0.0825	100	766	+ 111	19.6	55.62	54.48

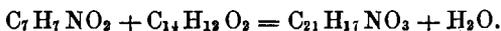
Zum Schluß möchte ich Hrn. R. Blair, dem Leiter des Instituts, und den anderen Autoritäten des Hackney Technical Institute meinen Dank für die Unterstützung aussprechen, durch welche sie mir die Ausführung dieser Versuche erleichtert haben.

London.

641. Romuald Weckowicz: Über die Desyl-anthranilsäure

(Eingegangen am 4. November 1908.)

Anthranilsäure kondensiert sich leicht mit Benzoin nach der Gleichung



Beim Erwärmen äquimolekularer Mengen beider Komponenten in einem Kolben mit aufsteigendem Kühler erhält man zuerst eine gelbe Flüssigkeit, die schwach schäumt und dann mit der Zeit zu einem weißen Körper erstarrt, der nach 3—4-maligem Umkrystallisieren aus Alkohol oder Eisessig bei 231—232° schmilzt und chemisch reine Desyl-anthranilsäure darstellt. Die nähere Untersuchung zeigte, daß der dargestellten Säure die Konstitution



zukommt, d. h. bei der Kondensation hat sich Wasser aus dem Hydroxyl des Benzoins und dem einen Wasserstoffatom der Amidogruppe der Anthranilsäure gebildet; der Carbonylsauerstoff des Benzoins tritt also nicht in Reaktion.

0.1291 g Sbst.: 0.3597 g CO₂, 0.0615 g H₂O. — 0.3090 g Sbst.: 13.0 ccm N (23°, 728 mm). — 0.1992 g Sbst.: 6.1 ccm $\frac{1}{10}$ -n. NaOH.

C₂₁H₁₇NO₃. Ber. C 76.13, H 5.13, N 4.22, M 331.

Gef. » 75.98, » 5.33, » 4.53, » 328.

Die Desylanthranilsäure löst sich in der Wärme ziemlich schwer in Methyl- und Äthylalkohol, in Essigsäure, Chloroform, Benzol, Xylol und Nitrobenzol; dagegen ist sie schon in der Kälte sehr leicht löslich im Aceton und kann aus einem Gemische von Aceton mit Äthylalkohol gut umkrystallisiert werden. In verdünnten Alkalien löst sie sich leicht; mit konzentrierten Alkalien gibt die Säure eine klebrige Masse, die beim Erwärmen unter der Flüssigkeit zusammenschmilzt. In alkoholischer Kali- und Natronlösung löst sie sich sehr leicht und gibt gelbe Lösungen. Die Säure ist in konzentrierter Schwefelsäure schon bei ge-