

326. Ernst Beckmann: Natriumlampen für Polarisation.

[Mitteilung aus dem Kaiser-Wilhelm-Institut für Chemie, Berlin-Dahlem.]

(Eingegangen am 2. August 1912.)

Bei den gebräuchlichsten Natriumlampen wird nach Bunsens Vorgang feste Natriumverbindung auf einer Unterlage von Platin, Asbest oder keramischer Masse in die Flamme geführt. Diese Lampen lassen aber in Bezug auf bequeme Handhabung, dauernd gleichmäßige Färbung und Intensität zu wünschen übrig; auch wird soviel Natriumverbindung verdampft, daß bald starke Verunreinigung der Zimmerluft mit Salzstaub die Folge ist, was den Polarisationsapparat selbst schädigt. Im Anschluß an meine Versuche, zur Färbung der Flamme verstäubte Salzlösung zu verwenden, habe ich bereits eine Natriumlampe beschrieben¹⁾, bei welcher die Zerstäubung durch Pressen von Druckgas durch poröses Porzellan oder durch elektrolytische Gasentwicklung bewirkt wird.

Später haben auch E. H. Riesenfeld und H. E. Wohlers²⁾ eine Natriumlampe empfohlen, bei welcher die elektrolytische Zerstäubung im unteren Teil eines Teclu-Brenners erfolgt.

Die Einführung von Salzstaub in die Flamme bietet tatsächlich so große Vorteile, daß ich durch weitere Versuche erstrebt habe, dieses Verfahren der Laboratoriumspraxis nach Möglichkeit anzupassen. Im Nachstehenden möge die Konstruktion einiger Polarisationslampen mitgeteilt werden, wie sie im Laufe der Zeit sich herausgebildet haben.

1. Zumischen des Salzstaubes zu der vom Mischrohr des Brenners angesogenen Luft.

Bei dem in Fig. 1 (S. 2524) abgebildeten Brenner besteht das unten offene Mischrohr im Interesse der Sauberkeit und Haltbarkeit nicht aus Metall, sondern aus Porzellan, Glas, Quarzglas usw. Das Leuchtgas wird seitlich vermittlems eines Röhrchens *t* aus Glas oder Quarzglas eingeführt. Dieses Röhrchen aus ev. emailliertem Nickel herzustellen, erscheint um so unbedenklicher, als es nur mit Kork eingeführt ist, und behufs Reinigung jederzeit leicht entfernt werden kann. Eine besondere Ausströmungsdüse läßt sich durch eine bloße Öffnung in der Wandung, vergl. Fig. 1, *r* ersetzen. Die seitliche Zuführung von Gas bietet den Vorteil, daß durch Drehen des Röhrchens der Gas-

¹⁾ Ph. Ch. 35, 655 [1900].

²⁾ Zeitschr. für wissenschaft. Photographie, -physik u. -chemie 5, 194 [1907].

strom von der vertikalen Richtung abgelenkt und dadurch die Menge der nachgesogenen Luft reguliert werden kann. Das Brennerrohr

ist in einer Stativklammer mit Feder *f*, die durch Schraube *s* gespannt werden kann, festgehalten,

aber bequem verschiebbar. Zur Verstärkung dient 2–4-prozentige Natronlauge oder Sodalösung.

Nachdem sich gezeigt hat, daß von dünnen Plätindrähten, welche als Elektroden verwendet wurden, sich keine kleineren Gasblasen entwickelten als von

Flächen, kamen Blechelektroden aus Nickel zur Verwendung, die nach Figur 1 durch ein Ebonitstück zusammengehalten und durch Quecksilberkontakte

bequem auswechselbar gemacht werden konnten. Statt des Quecksilbers lassen sich auch Klemmkontakte, Figur 2 (S. 2525), verwenden.

Zur Elektrolyse ge-

nügen zwei hinter einander geschaltete Akkumulatorzellen, drei Trockenelemente oder eine Thermosäule. Natürlich kann man auch Gleichstrom von höherer Spannung unter Vorschalten von Widerständen benutzen. Die Gasentwicklung muß so gering sein, daß die Flüssigkeit nur emulsionsartig getrübt erscheint und sich noch keine größeren Gasblasen auf der Flüssigkeit sammeln.

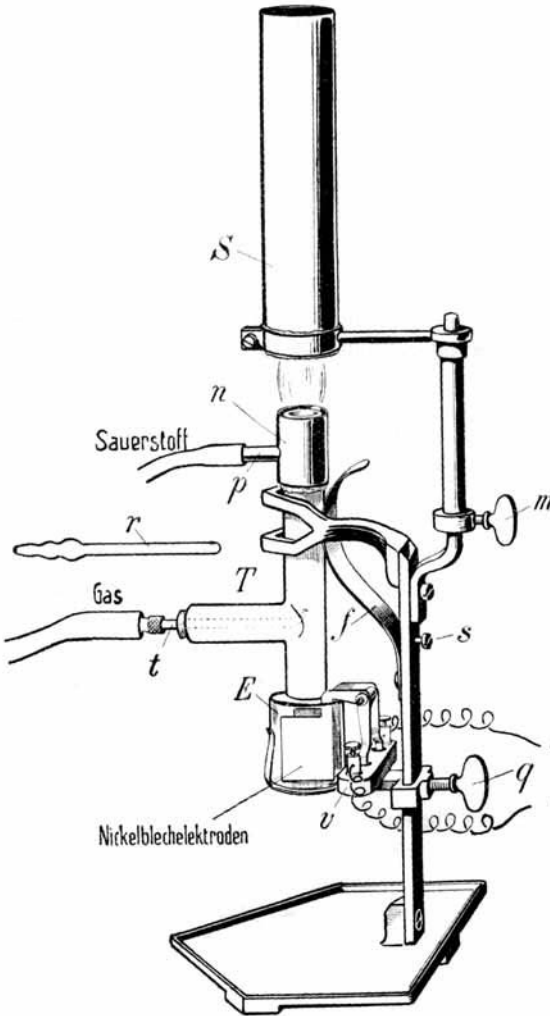


Fig. 1. Natriumlampe für gleichmäßige Verteilung des Salzstaubes im Leuchtgas-Luft-Gemisch. ($\frac{1}{3}$ wirkl. Größe)

Zur Elektrolyse ge-
nügen zwei hinter ein-
ander geschaltete Akkumulatorzellen, drei Trockenelemente oder eine Thermosäule. Natürlich kann man auch Gleichstrom von höherer Spannung unter Vorschalten von Widerständen benutzen. Die Gasentwicklung muß so gering sein, daß die Flüssigkeit nur emulsionsartig getrübt erscheint und sich noch keine größeren Gasblasen auf der Flüssigkeit sammeln.

Unter diesen Umständen ist der entwickelte Salzstaub so gering, daß durch ihn die Luft nicht merkbar verunreinigt werden kann. Gleichwohl färbt er die angezündete Brennerflamme, in die er, bei hinreichender Annäherung des Elektrolytgefäßes an das untere Ende des Mischrohres, völlig hineingesogen wird, nicht weniger, als eine in die Flamme gebrachte Kochsalzprobe. Auch bei stundenlanger Elektrolyse findet keine merkbare Erwärmung oder auch ein merkbarer Verbrauch der Lösung statt, so daß wohl für alle Zwecke dem Wunsche nach einer dauernd gleichmäßigen Färbung entsprochen wird.

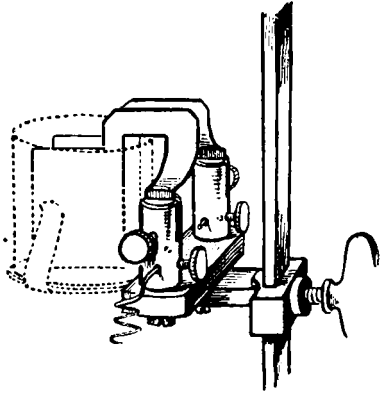


Fig. 2. Klemmkontakt.

Steigerung der Intensität.

In außerordentlichem Grade wird die Lichtintensität der Flamme verstärkt, wenn man sie ringsum mit einer Sauerstoffzone umgibt. Nach Figur 1 wird das obere Ende des Brennerrohres mit einer Hülse *p* aus Porzellan oder auch Eisen umgeben, die nach unten abgeschlossen, aber nach oben offen ist, und in die man Sauerstoff ohne besonderen Druck einleitet.

Versuche, vermittels eines Daniellschen Gebläses brauchbare Natriumlampen zu erhalten, haben nicht zum Ziele geführt. Durch Drehen des Gashahnes bzw. des Gaszuführungsrohres des Bunsen-Brenners und durch Regulieren des zugeführten Sauerstoffs läßt sich leicht ein Intensitätsmaximum einstellen. Bei kleinerer Leuchtgasflamme und langsam gesteigertem Sauerstoffzutritt erhält man das beste Resultat.

2. Färbung durch Überführen des Salzstaubes in die äußere Flammenzone.

Die Erfahrung hat ergeben, daß es für die Gewinnung geeignet gefärbter Flammen nicht notwendig ist, den Salzstaub gleichmäßig in den Brennergasen zu verteilen. Es genügt durchaus, der äußeren, am stärksten erhitzen Flammenzone den Salzstaub zuzuführen. Dazu kann die in Fig. 3 (S. 2526) abgebildete Konstruktion dienen. Das Elektrolytgefäß umgibt den oberen Teil des Brennerrohres und ist mit ihm in einem Stück aus Porzellan hergestellt. Zur Elektrolyse dienen wieder Natronlauge bzw. Sodalösung und Nickelelektroden, die hier zylinderförmig gestaltet sind.

Für die Zuleitungsdrähte befinden sich am Gefäßrand Aussparungen.

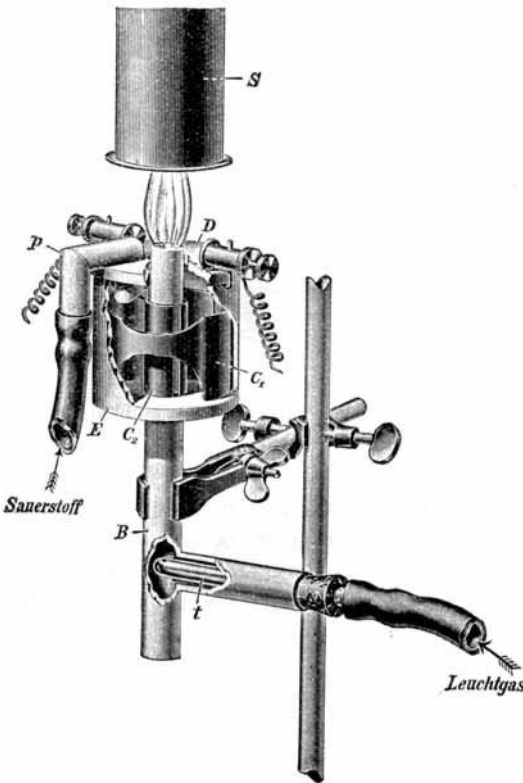


Fig. 3. Natriumlampe für Einführung des Salzstaubes in die äußere Flammenzone. ($\frac{1}{3}$ wirkli. Größe.)

Reduzierventil nicht zur Verfügung steht, in einem Kippschen Apparat aus Wasserstoffperoxyd und Chlorkalk entwickelt werden. Da sich Wasserstoff in doppelt so großem Volumen entwickelt als Sauerstoff, ist es zweckmäßig, die äußere Elektrode als Kathode zu nehmen.

Die Einstellung der größten Lichtintensität geschieht wieder durch Einregulieren des Zutritts von Leuchtgas einerseits, von Luft bzw. Sauerstoff andererseits. Eine zu starke Erwärmung des Elektrolyten ist auch hier nicht zu befürchten.

Vielleicht erscheint es nicht überflüssig, auf einige kleine Abweichungen bei der Konstruktion aufmerksam zu machen, die vorübergehend im Gebrauch gewesen sind. Man kann den Deckel anstatt flach, gewölbt herstellen und ihn mit einem Falz in das Elektrolytgefäß einsetzen, Fig. 4 (S. 2527). Die Wöl-

Zum Verschuß des Gefäßes dient eine Porzellanplatte, die durch eine mittlere Öffnung das Brennerende so hindurchtreten läßt, daß ein Zwischenraum von etwa 1.5 mm freibleibt. Das Brennerende ragt etwa 2 mm über dem Deckel hervor.

Durch Einleiten von Luft bzw. Sauerstoff in das mit dem Deckel verbundene Rohr *p* gelangt der Salzstaub am Brennerende vorbei zur äußeren Flammenzone. Wie schon gesagt, ist eine kleine Flamme vorzuziehen. Der Sauerstoff wird nur in geringer Menge gebraucht und kann, wenn eine Bombe mit

bung brachte aber keinen Vorteil und der Falz den Nachteil, daß der Deckel bei einem schlecht zentrierten Brennerrohr nicht verwendet werden kann.

Eine horizontale Verschiebung des Deckels, welche durch den Falz verhindert wird, kann auch dadurch ausgeschlossen werden, daß man nach Art der Fig. 3 die Elektrodendrähte aufwärts biegt und Klemmschrauben verwendet, die den Deckel festhalten. Anbringen von Feilflächen an den Drahtenden und den Klemmschraubenden kann die Stabilität noch erhöhen.

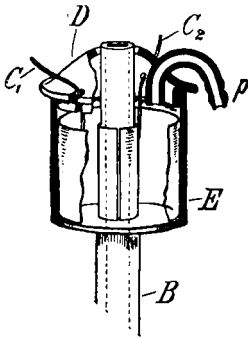


Fig. 4. Deckel mit Falz und Wölbung.

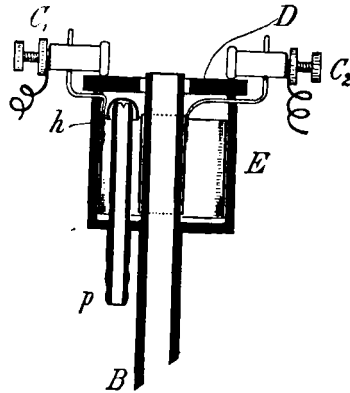


Fig. 5. Zuleitung des Sauerstoffs von unten.

Das zum Einleiten von Sauerstoff bestimmte Rohr *p* kann man nach Fig. 5 auch von unten einführen und mit einem Glashütchen überdecken, um den Sauerstoffstrom wieder nach abwärts auf die Flüssigkeit zu lenken. Diese Einrichtung beeinträchtigt aber die Handlichkeit etwas und ergibt auch den Nachteil, daß bei unvorsichtigem Einfüllen der Flüssigkeit solche in den Zuleitungsschlauch gelangen kann. Für die Zuleitung des Leuchtgases zum Mischrohr läßt sich je nach Belieben ein Glas- oder Metallrohr verwenden.

Größte Intensität.

In hohem Maße läßt sich die Lichtintensität noch steigern, wenn statt der Leuchtgasflamme eine Wasserstoffflamme verwendet wird. Man kann dazu die oben beschriebene Vorrichtung benutzen, muß aber dafür Sorge tragen, daß beim Mischrohr das untere Ende verschlossen wird, weil sonst ein Zurückschlagen der Flamme unausbleiblich ist.

Da aus Vergeßlichkeit erfahrungsgemäß der Verschluß leicht verabsäumt wird, lasse ich jetzt gewöhnlich das Wasserstoffgas aus einem unverzweigten Rohr, Fig. 6, *B* (S. 2528), brennen.

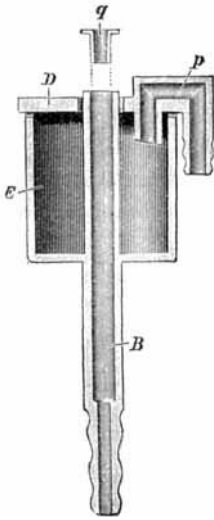


Fig. 6. Einrichtung für Wasserstoffflamme.

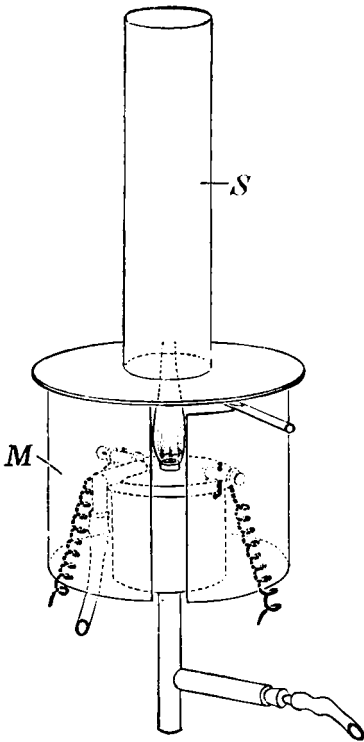


Fig. 7. Schornstein und Schutzblende.

Ebensowenig wie Sauerstoff wird der Wasserstoff in großen Mengen gebraucht, so daß es nicht nötig ist, eine Wasserstoffbombe mit Reduzierventil besonders anzuschaffen. Wenn eine solche fehlt, genügt ein Kippscher Apparat mit Zink und Salzsäure zur Speisung der Flamme. Man bedenke, daß für den Polarisationsapparat nur eine kleine, wenn nur ruhige Flamme zur Verfügung zu sein braucht. Die hohe Temperatur macht es aber hier erforderlich, durch eine Tülle *q* von Quarzglas oder durch Bekleidung der Brenneröffnung mit Platinfolie das Porzellan zu schützen. Durch Regulierung der kleinen Wasserstoffflamme und des schwachen Sauerstoffstromes gelingt es auch hier wieder leicht, die größte Intensität einzustellen. Zur Beruhigung der Flamme wird, wie in allen früheren Fällen, auch hier der

Schornstein, Fig. 1 u. 3, verwendet, welcher nach Fig. 7 durch Überhängen eines Blendschirmes verlängert werden kann, so daß nur ein Lichtspalt zum Beobachten übrig bleibt. Besonders bei weniger intensiven Flammen ist die Verwendung des Blendschirmes nicht nötig.

Mit dem hier angegebenen Hilfsmittel werden so helle Flammen erhalten, daß dadurch das Polarisieren von gefärbten oder getrübbten Flüssigkeiten in hohem Maße erleichtert wird. Es mag nicht unerwähnt bleiben, daß bei den hohen Temperaturen sich die Nuance der Farbe etwas ändert; durch das übliche Vorschalten einer Kaliumchromatlösung ev. nach Landolt $K_2CrO_4 + NaSO_4 + KMnO_4$, als Farbenfilter läßt sich aber ein störender Einfluß für die Beobachtung ausschließen.

Natürlich kann man diese Vorrichtungen auch für andere Licht-

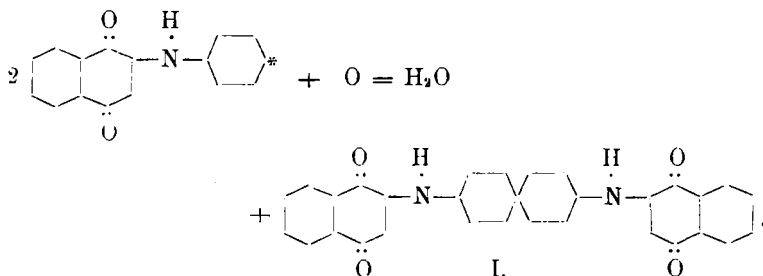
arten, wie Lithium-, Kaliumlicht usw., verwenden, um die Intensität zu steigern. Mit der näheren Untersuchung der entsprechenden Spektralerscheinungen bin ich beschäftigt.

Bei der Herstellung der Modelle hat mich der Universitätsmechaniker G. Hildebrandt, Leipzig, unterstützt. Die Apparate sind durch D. R.-G.-M. 475718 und 475722 geschützt und von der Firma Paul Altmann, Luisenstr. 47, Berlin, zu beziehen.

326. Kurt Brass: Über die Oxydation von Anilido-chinonen zu Benzidin-Derivaten.

(Eingegangen am 2. August 1912.)

Pummerer und Brass berichteten seinerzeit über Küpenfarbstoffe aus α -Naphthochinon¹⁾. Damals wurde durch Kondensation mit *p*-Phenylendiamin ein Bis- α -naphthochinonyl-*p*-phenylendiamin mit substantiven Eigenschaften erhalten, aus Benzidin jedoch entstand selbst bei Überschuß von α -Naphthochinon immer nur das Mononaphthochinonyl-benzidin, dessen Leukoverbindung überraschenderweise auch schon deutlich substantiv Eigenschaften zeigt. Das *N,N'*-Bis- α -naphthochinonyl-2-benzidin (Formel I), dessen Aufbau an den Kongofarbstoff erinnert und welches auch als Küpenfarbstoff Interesse erweckt, konnte ich jetzt erhalten, indem ich vom 2-Anilido- α -naphthochinon ausging und zwei Moleküle desselben auf oxydativem Weg vereinigte:



Versetzt man die safraninrote Lösung von 2-Anilido- α -naphthochinon in konzentrierter Schwefelsäure mit etwas Mangansuperoxyd, so tritt sofort bei gewöhnlicher Temperatur ein Farbumschlag ein, die Lösung wird violett; gießt man sie auf Eis, so scheidet sich der neue Farbstoff in dunkelbraunen Flocken ab.

¹⁾ B. 44, 1647 [1911].