

160. Max Bodenstein:

Einige Hilfsmittel für das Arbeiten mit Gasen.

(Eingegangen am 29. Juli 1918.)

Im Heft 10 der »Berichte«¹⁾ beschreibt Hr. Stock einen »Vakuum-Rohröffner«, dessen »Anwendung mancherlei neue experimentelle Möglichkeiten erschließ«, und bemerkt dabei, daß man durch andere, hier nicht brauchbare Mittel die Aufgabe, ein Rohr im Vakuum zu öffnen, übrigens schon früher zu lösen versucht habe.

Ich habe dieser Aufgabe bei meinen zahlreichen Arbeiten mit Gasen mehrfach gegenübergestanden und zu ihrer Lösung Vorrichtungen verwendet, die der von Hrn. Stock benutzten äußerst ähnlich waren und vor ihr sogar gewisse Vorteile besaßen. Hr. Stock zerdrückt eine im geschlossenen Apparat vorgesehene capillare Glas Spitze, die das Ende der zu öffnenden Leitung bildet, durch Drehen eines vor ihr angebrachten, mit einer passenden Nase versehenen Stopfens. Ich habe vor etwas mehr als zwanzig Jahren eine ebensolche Spitze zerbrochen durch ein schweres Stückchen Glasstab, das man durch Heben des ganzen Apparats und plötzliches Senken desselben auf die Spitze fallen ließ²⁾. Der Apparat wurde gebraucht, um Jodwasserstoff, der längere Zeit in siedendem Schwefel erhitzt war, ohne Abkühlung zu einem hinter Stickstoff liegenden Manometer Zutritt zu gewähren.

1906 haben Finck und ich³⁾, um eine gemessene Menge Schwefeltrioxyd in ein mit Platindrahtnetz gefülltes Gefäß zu überführen und die Adsorption desselben am Platin zu messen, das zu einer dünnwandigen Kugel aufgeblasene und so in ein weiteres Glasrohr von unten eingeschmolzene Ende einer Glasleitung zertrümmert durch ein in Glas eingeschmolzenes Eisenstückchen, das durch einen Elektromagneten gehoben wurde, und in ähnlicher Weise verfahren Schubart und ich⁴⁾, um Kohlensäure, Kohlenoxyd und Zinkdampf, die sich durch langes Erhitzen aus Zinkoxyd und Kohle entwickelt hatten, plötzlich zur Analyse in ein evakuiertes Gefäß zu überführen, diesmal bei 780° in einem Apparat aus Quarzglas.

Auch mit reinstem flüssigen Brom gefüllte Röhrchen⁵⁾ und neuerdings solche mit Stickstoffdioxyd⁶⁾ haben wir so mit dem Elektro-

¹⁾ B. 51, 935 [1913].²⁾ Ph. Ch. 22, 20 [1897].³⁾ Ph. Ch. 60, 23 [1907].⁴⁾ Z. El. Ch. 23, 114 [1917].⁵⁾ Bodenstein und Cramer, Z. El. Ch. 22, 331 [1916].⁶⁾ Noch nicht veröffentlicht.

magneten zerschlagen, um vorher evakuierte Apparate möglichst rein mit diesen Gasen zu füllen.

Besonders das zur Kugel aufgeblasene Ende der Leitung ist für diesen Zweck äußerst bequem; es ist ganz leicht auch von einem mäßig guten Glasbläser herzustellen, eben so leicht oder leichter von Quarz wie von Thüringer Glas, gibt wenig schädlichen Raum, ist bei allen Temperaturen brauchbar, denen das Glas standhält (bei über 700°, wo das Eisen nicht mehr magnetisierbar ist, kann das zerschlagende Stück durch Lupfen des ganzen Apparats zum Niederfallen gebracht werden) und ist ein wirklich »fettfreier Hahn«. Hr. Stock schreibt seiner Vorrichtung zwar auch die Verwendbarkeit in ungefettetem Zustande zu — aber ich glaube, unter der Wirkung des äußeren Luftdrucks wird der Stopfen ohne Fett sehr leicht klemmen und an dem meist zerbrechlichen Apparat nicht mehr mit der nötigen Sicherheit zu bewegen sein.

Die Figur 1 gibt eine Skizze unseres »fettfreien Hahnes.«

Zufällig erzählte mir nun in diesen Tagen mein Kollege Hr. Hein von Versuchen, die er vor langer Zeit gemacht habe, um das Vakuum in Glühlampen zu bestimmen¹⁾. Dabei stellte es sich heraus, daß er vor jetzt 32 Jahren auch eine ganz ähnliche Vorrichtung gebraucht hat. Er hat an das zugeschmolzene Ende der natürlich hierfür etwas vom Gewöhnlichen abweichend geformten Glühlampe ein mit einem Stückchen Eisen gefülltes Glasrohr angeschmolzen, die später abzubrechende Stelle angeritzt, dann über das Ganze ein Rohr gekittet, dieses leer gepumpt und nun innerhalb desselben die Spitze abgebrochen, indem er mit einem Elektromagneten das Eisenstück zur Seite zog. Der »Vakuum-Rohröffner« ist also schon recht alt.



Fig. 1.

Ich möchte bei dieser Gelegenheit noch auf ein paar weitere Apparate hinweisen, die ich bei meinen Arbeiten bewährt fand, und die auch, wie die obigen, nur gelegentlich im Rahmen dieser Arbeiten beschrieben wurden oder auch noch gar nicht mitgeteilt sind.

Eine ähnliche Kleinigkeit wie die beschriebenen Vorrichtungen ist ein Hahn, bei dem das Küken auch außen mit dem benutzten Gas umgeben ist und daher ein Eindringen von Luft in die Leitung ausgeschlossen ist; er ist in Figur 2 dargestellt: Der Gasstrom tritt bei a ein, bei b aus, passiert den Apparat, in dem er gebraucht wird, um dann zwischen c und d das Hahnküken zu umströmen. Natürlich

¹⁾ Elektrotechn. Ztschr. 1886, 464.

ist dieser Hahn nur für ständig strömende Gase verwendbar. Aber nur ständiges Strömen kann im allgemeinen reine Gase liefern, und

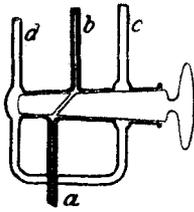


Fig. 2.

es ist auch da, wo elektrolytische Entwicklung nicht anwendbar ist, durch geeignete Anordnung des Gas entwickelnden Vorgangs in sehr vielen Fällen erreichbar — so in dem Falle der Verwendung dieses Hahnes¹⁾ für Stickoxyd durch periodisches Einlassen einiger Tropfen Quecksilber in nitrose Schwefelsäure, oder in den meisten sonstigen Fällen durch Absiedenlassen des verdichteten Gases.

Dieser Hahn erlaubt auch, trocknen Gasen gegenüber, eine für lange Zeit zuverlässige Schmierung mit zerflossenem Phosphorpentoxyd, wenn der der Außenluft zugekehrte Ring des Schliffs mit Fett geschmiert wird. Dabei können selbstverständlich die äußeren Leitungen fehlen. In der Form hat er sich bei der Überführung von Schwefeltrioxyd bewährt²⁾.

Figur 3 zeigt einen Quecksilber-Gasometer, der sehr wenig Quecksilber gebraucht, dabei sehr handlich ist, gut aussieht und dem Gas keine Gelegenheit gibt zur Berührung mit Schläuchen. Der geringe Bedarf an Quecksilber wird erreicht durch die innere Glocke a, die im Verein mit dem äußeren Mantel b nur einen schmalen Ringraum für das Quecksilber übrig läßt — ein altbekanntes Prinzip. Glocke und Mantel sind unten mit einander verschmolzen, was heute, wo man Vakuumgefäße für flüssige Gase herstellt, keine Schwierigkeiten mehr macht. Der Mantel ist weit nach oben geführt, oben gerade abgeschnitten und dort mit einer Metallplatte belegt, die, in der Mitte durchbohrt, der eigentlichen Gasometerglocke c Führung gewährt. Die steigt entsprechend der Füllung nach oben und wird auf ihrer Führungsstange mit Bleiplatten bis zum geeigneten Druck beschwert. Die Zuführung des Gases, wie seine Abführung geschehen durch das Rohr d, das die innere Glocke an ihrer höchsten Stelle durchsetzt und kurz darüber endet, und zwar bei leerem Gasometer, in einem kleinen Dom in der Wölbung der Glocke c, der erlaubt, vor der Füllung, die durch den Hahn e erfolgt, den Gasometer bis auf einen winzigen Luftrest mit Quecksilber zu füllen. Trotz dessen Kleinheit wird man natürlich die erste Gasfüllung im allgemeinen verwerfen und durch den Hahn f — der dazu auch als Dreiweghahn ausgeführt sein kann — ins Freie gehen lassen; nach einmaliger, notfalls zwei-

¹⁾ Z. El. Ch. 24, 187 [1918].

²⁾ Bodenstein und Kranendieck, Ph. Ch. 80, 149 [1912].

maliger Ausspülung aber ist das im Gasometer befindliche Gas ebenso rein wie das eintretende.

Der Rand, der die innere Glocke und den äußeren Mantel vereinigt, ist mit Marineleim in einer passenden Metallform vergossen, die gleich-

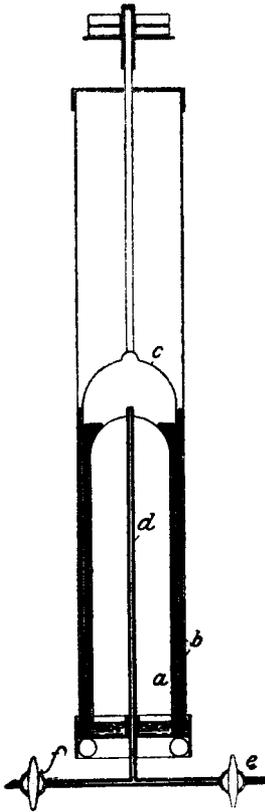


Fig. 3.

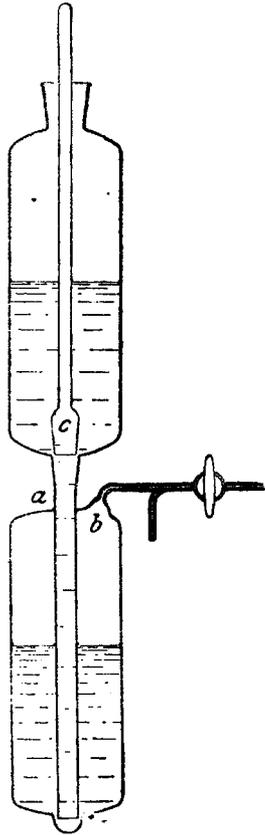


Fig. 4.

zeitig dem Rohr *d* eine lose Führung gewährt. Diese Metallform ruht fest gefaßt auf einem Stativring, ein zweiter hält oben den äußeren Mantel, und die Hähne sind an einem am Stativ befestigten Holzbrett montiert, so daß die Zerbrechlichkeit des Ganzen auf ein Minimum reduziert ist — in achtjährigem Gebrauch ist noch keiner zerbrochen.

Natürlich kann der Apparat auch bei geöffneten Hähnen oder ohne Hähne als Ausgleichglocke in einer ständig gespeisten und periodisch beanspruchten Gasleitung dienen. Hierfür ist er einmal andeutungsweise beschrieben worden¹⁾, sonst noch nicht.

¹⁾ Bodenstein und Dux, Ph. Ch. 85, 303 [1913].

Einen einfacheren Gasometer stellt Figur 4 dar, der für Schwefelsäure, Glycerin, auch für Wasser als Sperrflüssigkeit bestimmt ist. Er macht keinen Anspruch, etwas Originelles zu sein, ist aber äußerst bequem im Gebrauch und hat sich sehr bewährt. Seine Form ist ohne Beschreibung verständlich; wesentlich an ihr ist, daß nicht rund um das zentrale weite Rohr bei a, sondern in dem kleinen Dom b die höchste Stelle des Gasbehälters ist, damit dieser bis in die Capillare des Hahnes hinein (natürlich ohne Benetzung des letzteren!) mit der Flüssigkeit gefüllt werden kann. Das entwickelte Gas entweicht zunächst durch den Dreiweghahn, tritt dann bei genügender Reinheit in den Gasometer ein und drängt die Flüssigkeit in das obere Gefäß, wobei man ihm dies nötigenfalls durch gelindes Evakuieren des letzteren oder durch Abhebern der Sperrflüssigkeit erleichtern kann. Soll das Gas längere Zeit aufbewahrt werden, so schließt man den Stopfen c und hindert dadurch die Diffusion des innen gelösten Gases nach außen und der außen gelösten Luft nach innen.

Beide Gasometer haben wir in den Größen $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ und 1 Liter in Gebrauch, mit Durchmesser bis 8 cm. Bei der heute vorzüglich durchgebildeten Behandlung auch noch viel weiterer Röhren vor der Lampe stünde natürlich garnichts im Wege, sie wesentlich größer herzustellen.

Hinweisen möchte ich dann noch auf zwei Apparate, die indes so ausführlich an zugänglichen Stellen beschrieben sind, daß hier der Hinweis genügen dürfte. Der eine ist ein Hahn, der ganz aus Metall hergestellt ist, und ohne Stopfbüchse und ohne Fett, auch mit geringstem schädlichen Raum auf der hierfür ja immer nur in Betracht kommenden einen Seite in vollkommenster Weise eine Gasleitung zu öffnen und zu schließen erlaubt¹⁾. Der war damals aus Platin und Platin-Iridium hergestellt und hat sich vorzüglich bewährt. Man wird ihn für viele Gase auch aus anderen Metallen anfertigen können, für Stickstoffdioxid und dergl. z. B. aus einem gewissen Kruppschen Stahl, der gegen dieses völlig indifferent ist; auch aus Quarzglas wird er ausführbar sein, allenfalls mit einem kleinen Stückchen Platin-Iridium, das den abschließenden Kegel bildet.

Dies der eine Apparat, auf den ich noch hinweisen wollte. Der andere ist das Quarzglas-Manometer²⁾, ein nicht aus einem Halbkreis, sondern aus mehreren, zur Spirale vereinigten, vollen Kreisen von dünnwandigem flachem Quarzglasrohr bestehendes Bourdon-Manometer. Das hat sich jetzt bei uns außerordentlich bewährt, ist bis etwa

¹⁾ Bodenstein und Dux, Ph. Ch. 85, 305 [1913].

²⁾ Bodenstein und Katayama, Ph. Ch. 69, 26 [1909]. — Verbesserte Formen: Ph. Ch. 85, 302 [1913]; Z. El. Ch. 16, 961 [1910], 22, 331 [1916].

800° zu gebrauchen, bei guter Ausführung sehr zuverlässig und als Nullinstrument verwendet von sehr großer Empfindlichkeit -- bis $\frac{1}{100}$ mm Quecksilber. Es ist freilich nicht ganz leicht aufzubauen, da es sehr zerbrechlich ist; einmal montiert aber ist es nicht mehr sonderlich heikel, nicht heikler etwa als ein feines Galvanometer, dem man natürlich auch nur das zumuten darf, wofür es gebaut ist. Ich bin mehrfach um Einzelheiten für seinen Aufbau von Kollegen gebeten worden und habe das hierfür Nötige zusammengestellt, gern bereit, diese Notizen, die für eine Veröffentlichung zu lang sind, im Bedarfsfalle mitzuteilen.

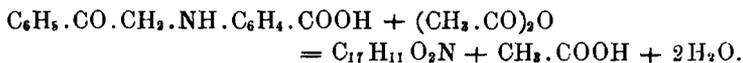
Hannover, Elektrochemisches Institut der Techn. Hochschule.

161. M. Scholtz: Über die drei [Phenacyl-amino]-benzoesäuren.

[Aus dem Chem. Institut der Universität Greifswald; pharmazeut. Abteilung.]

(Eingegangen am 3. August 1918.)

Bei der Einwirkung von ω -Brom-acetophenon auf die drei Amino-benzoesäuren erhält man die zu erwartenden [Phenacyl-amino]-benzoesäuren: $C_6H_5.CO.CH_2.NH.C_6H_4.COOH$, die keine bemerkenswerten Verschiedenheiten aufweisen. Erwärmt man diese mit Essigsäure-anhydrid, so liefern die *meta*- und *para*-Verbindung Acetyl-derivate, $C_6H_5.CO.CH_2.N(CO.CH_3).C_6H_4.COOH$; aus der *o*-[Phenacyl-amino]-benzoesäure hingegen erhält man eine gut krystallisierende Verbindung der Zusammensetzung $C_{17}H_{11}O_2N$, die keine Säure mehr darstellt, und die aus der [Phenacyl-amino]-benzoesäure durch Eintritt eines Acetyls und Austritt zweier Mol. Wasser entstanden ist:



Das Acetyl ist zweifellos, wie in der *meta*- und *para*-Verbindung, an den Stickstoff getreten, und 1 Molekel Wasser wird aus dem Carboxyl und dem dem Stickstoff benachbarten Methylen stammen, so daß als Zwischenprodukt ein Indoxyl-derivat (I.) anzunehmen ist. Die Abspaltung der zweiten Wassermolekel kann dann zwischen dem Methyl des Acetyls und dem zu ihm in 1.5-Stellung befindlichen Carbonyl erfolgen, was zu einer Verbindung der Formel II führt. Die Verbindung gibt kein Phenylhydrazon, und ihre alkoholische Lösung