

verwendet, die wir mit Wasserglas auf ein Porzellan-Stäbchen aufkitteten und so in das Reaktionsrohr einführten. Der bei der Reaktion nicht umgesetzte Sauerstoff, das durch die Reaktion entwickelte Chlor und schließlich der nicht im Kühler K_2 kondensierte Tetrachlorid-Dampf verlassen den Kreisprozeß durch ein seitlich angebrachtes Ableitungsrohr R, durchstreichen eine tiefgekühlte Ente E, ein Chlorcalcium-Rohr und schließlich eine mit Natronlauge beschickte Waschflasche, die die letzten Spuren von Tetrachlorid zurückhält. Bei 12-stdg. Versuchsdauer ließen sich mit Hilfe dieser Apparatur aus 30 g $GeCl_4$ 7.3 g Ge_2OCl_6 gewinnen.

Zur Analyse wurde dieses in ein tariertes Kügelchen eingeschmolzen, gewogen und unter Natronlauge zersetzt. Nach Ansäuern mit Salpetersäure wurde der Chlorgehalt durch Titrieren nach Volhard ermittelt. Im Filtrat der Silbersalze wurde das Germanium in 6-n. Schwefelsäure mit Schwefelwasserstoff als Sulfid gefällt.

Angewandte Substanz: 0.1475 (0.1392) g verbrauchen 23.5 (22.32) ccm n_{10} - $AgNO_3$ -Lösung, entsprechend 56.65 (56.87) % Cl und geben 0.0840 (0.0773) g GeO_2 , entsprechend 39.55 (38.58) % Ge.

Berechnet für Ge_2OCl_6	Ge 38.85,	Cl 57.00,	O 4.15.
Gefunden 39.55,	38.58,	.. 56.65, 56.87, .. 3.80, 4.55.

Darstellung des Germaniumsulfates.

Germaniumtetrachlorid und Schwefeltrioxyd werden im Molverhältnis 1 : 6 im Bombenrohr 12–14 Stdn. auf 160° erhitzt. Der Inhalt wird der Fraktionierung unterworfen, wobei bei den jeweiligen Siedepunkten bei 46° SO_3 , bei 86° $GeCl_4$ und zwischen 100° und 140° $S_2O_5Cl_2$ übergeht. Dann erstarrt der Kolben-Inhalt zu einer weißen, pulvrigen Masse, die im Vakuum solange erwärmt wird, bis keine Flüssigkeit mehr abdestilliert. Hierauf ist die Substanz staubtrocken und geruchlos.

Angewandte Substanz: 0.1663 (0.1062) g geben 0.0656 (0.0423) g GeO_2 , entsprechend 39.32 (39.80) % GeO_2 und 0.2940 (0.1835) g $BaSO_4$, entsprechend 60.64 (59.27) % SO_3 .

Ber. für $Ge(SO_4)_2$ GeO_2 39.60, SO_3 60.40. Gef. GeO_2 39.32, 39.80, SO_3 60.64, 59.27.

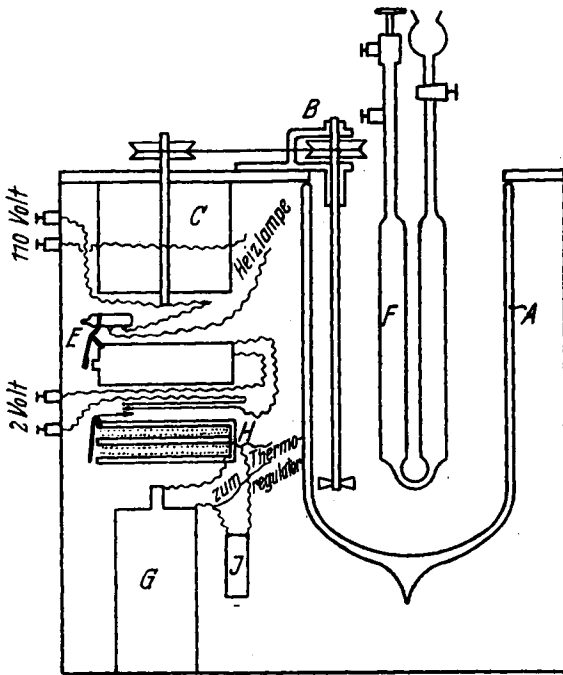
54. P. W. Schenk: Über einen Laboratoriums-Thermostaten für Dauerbetrieb.

[Aus d. Anorgan. Abteil. d. Chem. Instituts d. Universität Frankfurt a. M.]
(Eingegangen am 24. Dezember 1930.)

Für die in der voranstehenden Abhandlung beschriebene Untersuchung über das System GeO_2-H_2O wurde ein Thermostat benötigt, der möglichst lange Zeit hindurch auch ohne besondere Kontrolle eine konstante Temperatur beibehält. Um diesen Zweck zu erreichen, wurde eine ursprünglich von A. Magnus angegebene Konstruktion eines elektrisch heizbaren Thermostaten weiterentwickelt und zu einer Apparatur ausgestaltet, die wochenlang ohne besondere Wartung ihre Aufgabe auf das Genaueste erfüllt.

Wenn man von der sozusagen klassischen Thermostaten-Konstruktion Ostwalds, bei der ein von einem Thermo-regulator gesteuertes Gasflämmchen die Heizung übernimmt, zu einem elektrisch geheizten Thermostaten übergeht, muß der Heizstrom intermittierend geschlossen und unterbrochen werden. Hierbei treten sehr leicht infolge Verbrennens der Kontakte des

Relais oder durch Verschmutzen des Quecksilber-Kontaktes des Regulators Störungen ein. Der von mir konstruierte Thermostat, welcher die ange-deutete Schwierigkeit vermeidet ist, in Fig. 1 schematisch wiedergegeben:



Als Gefäß dient ein zylindrisches Dewar-Gefäß A von ca. 8 cm lichter Weite, das sich in einem Holzkasten von $25 \times 25 \times 25$ cm Größe befindet. B ist ein

kleines Rührwerk, auf dessen Lagerung besonderer Wert zu legen ist. Es wird von dem in den Kasten eingebauten Motor C angetrieben. Die Heizung erfolgt durch eine kleine Glühlampe in Röhrenform D, deren Strom durch die Quecksilber-Wippe E geschaltet wird. Der Thermoregulator F, dessen Konstruktion aus dem Bilde hervorgeht, schaltet den Strom eines Trockenelementes G, dessen Strom ein kleines Relais H durchfließt; dies schließt nun

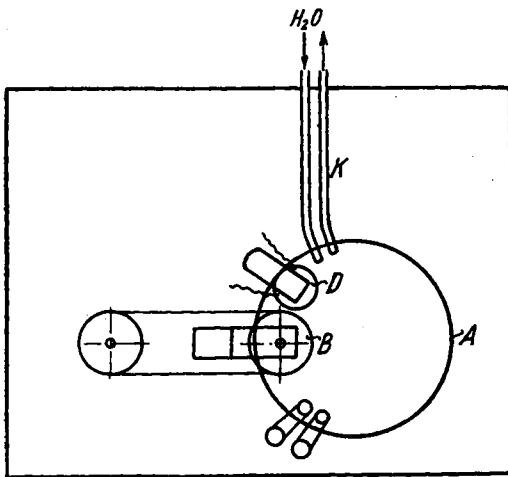


Fig. 1.

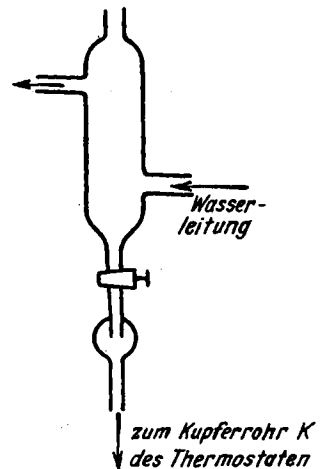


Fig. 2.

erst seinerseits den Strom eines Akkumulators, der die Quecksilber-Wippe betätigt. Diese anscheinend umständliche Methode zweier Relais gewährleistet allein einen wochenlangen Betrieb, ohne daß der Thermo-

regulator infolge Verschmutzens der Quecksilber-Kuppe gereinigt werden müßte. Parallel zum Regulator F legt man noch einen Kondensator von 1–2 MF, um den Öffnungsfunken zu unterdrücken. Versucht man, eines der Relais wegzulassen, verbrennen entweder bald die Kontakte des Relais infolge zu starker Beanspruchung durch den Strom der Heizlampe, oder der Quecksilber-Kontakt des Regulators verschmutzt durch den zu starken Strom, der nötig ist, die Quecksilber-Wippe zu kippen. Wenn alles richtig einreguliert ist, schaltet der Regulator etwa alle 2 Sekunden regelmäßig wie eine Uhr. Die Schaltdifferenz beträgt etwa $\frac{1}{100}^{\circ}$. Anfangs ändert der Thermostat seine Einstellung etwa bis zu $\frac{1}{10}^{\circ}$. Wenn er sich jedoch im Gleichgewicht befindet, erreicht er mühelos eine Genauigkeit von $\pm \frac{1}{50}^{\circ}$. Will man den Thermostaten unterhalb der Zimmer-Temperatur benutzen, so baut man einen Kühler in Form eines U-förmigen Kupferrohres K ein, durch das man aus einem kleinen Apparat, wie ihn Bild 2 zeigt, Wasser strömen läßt. Direkt aus der Wasserleitung Wasser einströmen zu lassen, empfiehlt sich nicht, da infolge des Quellens der Dichtungen der Wasserleitungshähne der Strom ungleichmäßig und dadurch die Genauigkeit des Apparates beeinträchtigt wird. Außerdem müßte man besonders nachts, um kaltes Wasser zur Verfügung zu haben, einen kräftigen Strom durchlaufen lassen, der aber infolge zu großen Wärme-Entzugs den Apparat außer Betrieb setzen würde. Will man noch tiefere Temperaturen, so läßt man das Kühlwasser, bevor es den Kühler betritt, eine Kupfer- oder Bleischlange, die sich in einem Dewar-Gefäß mit Eis befindet, passieren. Bei 10° z. B. und einem Dewar-Gefäß von $\frac{3}{4}$ l Inhalt muß etwa alle 3 Stdn. etwas frisches Eis nachgefüllt werden.

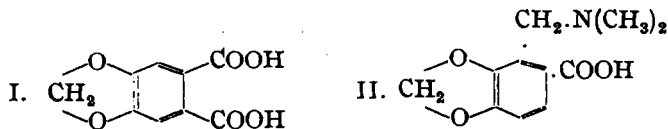
Die Firma F. u. M. Lautenschläger-Frankfurt a. M., Kaiserstr., hat sich bereit erklärt, diesen Apparat auf Verlangen zu mäßigem Preise herzustellen.

55. Ernst Späth und Fritz Kuffner: Zur Konstitution des Chelidonins.

[Aus d. II. Chem. Institut d. Universität Wien.]

(Eingegangen am 24. Dezember 1930.)

In einer jüngst erschienenen Abhandlung¹⁾ haben v. Bruchhausen und Bersch dem Chelidonin, dem Hauptalkaloid des Schöllkrautes, die Formel X zuerteilt. Zur Stützung dieser Konstitution ziehen die Autoren die Identifizierung von Hydrastsäure (I) und von 2-[Dimethylamino-methyl]-piperonylsäure (II) heran, die Schwarz²⁾ bei der Oxydation des Chelidonin-methins erhalten hatte.



Die von diesen Autoren vertretene Struktur ist aber keineswegs ausreichend bewiesen. Die Aneinanderfügung der beiden Oxydationsprodukte

¹⁾ B. 63, 2520 [1930].

²⁾ Dissertat., Marburg 1928.