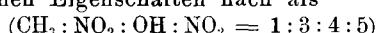


Das Ammoniumsalz war dunkel orange, kry-  
stallisierte in leicht löslichen, von einem  
Punkte verzweigten Nadeln. Das Baryum-  
salz war schwer löslich, krystallisierte in  
feinen orangefarbigen Nadelchen, welche einen  
Schwamm bildeten, während das Silbersalz  
in dunkelrothen Nadeln krystallisierte. Die  
Analyse stimmte auf Dinitrokresol, während  
er seinen Eigenschaften nach als



Derivat der p-Kresolsulfosäure und diese  
wieder des p-Kresols aufgefasst werden  
konnte. Hierdurch und durch die Reaction  
von Riehm war das Vorhandensein des  
p-Kresols im Braunkohlenkreosot festgestellt.

Die dritte Verbindung war ein gelbes  
Öl, welches erst nach längerem Stehen bei  
kühl Temperatur erstarrte. Durch wieder-  
holtes Umkrystallisiren aus Benzin wurden  
schliesslich grosse quadratische, honiggelbe  
Tafeln oder starke Prismen erhalten, welche  
zwischen 24 und 25° schmolzen und dann  
erst wieder nach einiger Zeit fest wurden.  
Das aus diesem Körper in vorhin beschrie-  
bener Weise dargestellte Natriumsalz kry-  
stallisierte in scharlachrothen, glänzenden,  
langen, feinen Nadeln aus Wasser, die durch  
Erwärmung auf 100° oder Waschen mit Alko-  
hol entwässert und glanzlos wurden. Das  
orangerote Baryumsalz war in Wasser schwer  
löslich und krystallisierte in äusserst feinen  
Nadelchen, die sich zu einem voluminösen  
Schwammkörper zusammenballten. Das dun-  
kelrothe Silbersalz war leicht löslich in  
Wasser und krystallisierte daraus in feinen  
kurzen Nadelchen. Die Analyse des Natrium-  
salzes liess diese Verbindung ebenfalls als  
Dinitrokresol erkennen, von welchem indessen  
nicht mit Bestimmtheit auf seine Stamm-  
substanz geschlossen werden konnte.

Der am reichlichsten erhaltene dieser  
3 Körper war der erste, welcher dem p-Kresol  
entstammen konnte; weniger Ausbeute gab  
der dritte Körper, dessen Stammsubstanz  
nicht vorauszusehen war; die geringste Aus-  
beute wurde von dem Dinitro-p-kresol er-  
halten. Diese Thatsache berechtigt jedoch  
keineswegs zu der Annahme, dass das Mengen-  
verhältniss der 3 Kresole im Braunkohlen-  
kreosot aus dem der isomeren Dinitrokresole  
gefolgert werden darf, denn danach müsste  
das o-Kresol vorherrschen. Dass dieses aber  
nicht der Fall ist, sondern dieses Isomere in  
der Minderheit steht, geht aus der Reaction  
von Riehm hervor, nach welcher, näm-  
lich durch Bildung der Kresolbaryumsalze es  
mir nicht gelingen wollte, o-Kresol nach-  
zuweisen. Die durch wiederholtes Umkry-  
stallisiren des Kresolbaryums erhaltenen  
glänzenden Schuppen ergaben nach dem Zer-

legen durch Säure und Rectification stets  
wieder ein Destillat, welches zwischen 105  
bis 113° überging, bei niedriger Temperatur  
krystallinisch erstarrte und der Hauptmenge  
nach aus p-Kresol bestand. o-Kresol konnte  
ich nicht erhalten, sondern sämmtliche auf  
o-Kresol deutende Fractionen lösten sich  
durch Regenerirung der Kresolbaryumsalze  
und die der sulfosauren Salze wieder in  
Carbolsäure und flüssiges, also m-Kresol auf.

Um nun ein annäherndes Bild zu be-  
kommen von dem Mengenverhältniss der  
durch heisse Nitrirung der Kresolsulfosäuren  
erhaltenen 3 verschiedenen Dinitrokresole,  
schätze ich vom 1. Körper Schmelzp. 85 bis  
86° = 60 Proc.; vom 2. Schmelzp. 82 bis  
83° = 10 Proc.; vom 3. Körper Schmelzp.  
24 bis 25° = 30 Proc.

Aus den bis 225° siedenden Fractionen  
konnte ausser Carbolsäure, den Kresolen  
und dem Kreosol, über welche Substanz ich  
bereits früher berichtet habe, kein anderes  
Phenol nachgewiesen werden, so dass ich  
das Ergebniss meiner Untersuchung in Fol-  
gendem kurz zusammenfasse: Das bis 225°  
siedende gereinigte Kreosot des Braunkohlen-  
theers besteht aus Carbolsäure, den isomeren  
Kresolen und dem Kreosol. Nach oberfläch-  
licher Schätzung dürfte der erste Körper  
nicht mehr als 2 Proc. vom Gesamtkreosot  
betragen.

Die 2. Substanz, etwa 40 Proc. vom ge-  
reinigten Gesamtkreosot ausmachend, be-  
steht aus etwa 70 Proc. Meta-, 20 bis 30  
Proc. Parakresol. Ob Orthokresol überhaupt  
vorhanden ist, lasse ich unentschieden, in  
jedem Falle dürften in dem von mir unter-  
suchten Kreosot nur äusserst geringe und  
leicht übersehbare Mengen davon enthalten  
sein.

Die Menge des Kreosol beträgt etwa  
20 Proc. vom gereinigten Gesamtkreosot.

### Ein Universal-Gasvolumeter.

Von

G. Lunge.

Wie leicht begreiflich, hat der fortgesetzte  
Gebrauch des Gasvolumeters in meinen Hän-  
den und derjenigen meiner Schüler Erfah-  
rungen über diejenigen Punkte gezeitigt, in  
denen sich jener Apparat weiter verbessern  
lässt, natürlich nur in Einzelheiten, da ja  
das allgemeine Prinzip, als ein mathematisch-  
physikalisches, ein- für allemal feststeht.  
Ich habe nun auf Grund unserer Erfahrungen

Verbesserungen vorgenommen, über die ich mir erlauben möchte hier zu berichten.

Ein sehr wichtiger Punkt betrifft einen neuen Verschluss für das Reductionsrohr. Da ich diesen gleichzeitig in den Berichten der deutschen chemischen Gesellschaft beschreibe, so sei hier nur ganz kurz davon die Rede, obwohl ich allerdings empfehlen muss, bei allen Neuanschaffungen die neue Form des Reductionsrohres mit „Becherhahnverschluss“, wie sie in Fig. 333 gezeigt ist, zu wählen. Statt der nach der Einstellung zuzuschmelzenden Capillare, welche spätere Correcturen bei Reinigungen und dergl. sehr erschwert, ist das Rohr oben durch einen Glasstopfen mit halber Längsrinne verschlossen, der eine Rinne in der anderen Hälfte des Halses entspricht, so dass durch eine kleine Drehung des Stopfens ein Luftkanal geöffnet oder geschlossen werden kann. Ein vollkommener, dauernder, auch extremen Saugungen und Drucken widerstehender Abschluss wird durch Füllung des Bechers über dem Hahnstopfen mit Quecksilber erreicht; zum Überfluss ist der Becher noch oben mit einem Korken verschlossen, der auf den Stopfen drückt, und den man an dem Becher festbinden und ansiegeln kann, wenn man sich vor fahrlässiger oder böswilliger Störung sichern will. In dem Kork befindet sich noch ein Glasröhrrchen, um dem Quecksilber Gelegenheit zur Ausdehnung zu geben. Der Stopfen wird vor dem Gebrauche mit Vaselin eingefettet, um sich auch nach jahrelangem Stehen noch drehen zu lassen.

Die Theilung des Reductionsrohres in seinem verengerten Theile wird von 95 bis 125 cc in  $\frac{1}{10}$  cc gemacht und der Durchmesser dieses Theiles möglichst nahe an 11,3 mm im Lichten gehalten, damit jedes cc gerade eine Höhe von 1 cm einnimmt. In diesem Falle wird der Gebrauch eines feuchten Reductionsrohres für Messung von trocknen Gasen sehr erleichtert; man stellt dann das Quecksilber in dem Gasmessrohre nicht auf 100 im Reductionsrohre ein, sondern um soviel Zehntel-cc, d. h. also mm höher, als die Feuchtigkeitsspannung bei der herrschenden Temperatur beträgt, also z. B. für  $15^{\circ}$  auf 98,7 cc, nämlich 13 mm höher als das Quecksilber im Reductionsrohre, das immer auf 100 bleibt. Man kann übrigens auch das Quecksilber im Gasmessrohre mit dem Strich 100 im Reductionsrohr in die Wage bringen, muss aber dann das Quecksilber in dem letzteren um so viel Zehntel-cc tiefer einstellen, als die Feuchtigkeitsspannung in mm beträgt, im obigen Beispiele also auf 101,3. Endlich sei ein früher ge-

gebener Vorschlag wiederholt, nämlich statt aller der eben erwähnten Correctionen im Gasmessrohr immer ein Wassertropfchen zu belassen, so dass auch das über Schwefelsäure entwickelte und deshalb trockene Stickoxyd sich im Gasmessrohre mit Feuchtigkeit sättigt, und mit einem feuchten Reductionsrohre bei Einstellung des Quecksilbers auf 100 cc direct gemessen werden kann, ohne dass man die Temperatur überhaupt zu kennen braucht.

Dem Niveaurohre habe ich die in Fig. 334 gegebene Gestalt gegeben, bei der sehr viel an Quecksilber gespart wird.

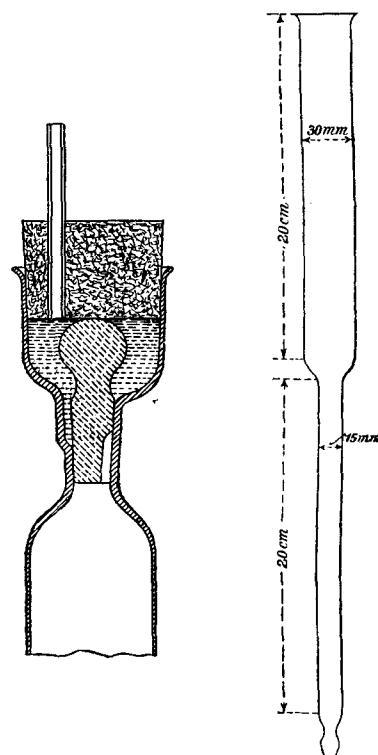


Fig. 333.

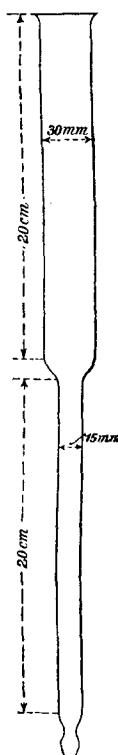


Fig. 334.

Die Hauptverbesserung bezieht sich aber auf ein neues Stativ für gemeinschaftliche Bewegung von Reductionsrohr und Niveaurohr. Das in meiner „Gabelklammer“ (d. Z. 1891, 197) verwirklichte Prinzip hat sich als das richtige für schnelle Einstellung gezeigt. Aber die Manipulation der schweren Klammer mit den noch schwereren Röhren hat da, wo man oft grosse Bewegungen auf- und abwärts machen muss, vor allem bei der Bestimmung von Kohlensäure und Kohlenstoff nach Marchlewski und mir (d. Z. 1891, 229 und 412), eine nicht zu leugnende Unbequemlichkeit. Es ist mir nun gelungen, diese vollständig zu beseitigen durch Construction eines Stativs mit mechanischer Bewegung, bei der ich von Herrn

Mechaniker Jöge in Zürich, dem ich die Ausführung meines Gedankens anvertraut hatte, durch sehr anerkennenswerthe Rathschläge unterstützt worden bin. Es kam mir darauf an, einerseits einen möglichst handlichen Apparat zu bauen, andererseits aber die Construction desselben so einfach und billig, wie es mit den Umständen vereinbar war, zu halten, theils um seine Anschaffung zu erleichtern, theils aber auch, um dem Laboratoriumsgebrauch besser als ein sehr feiner Apparat Widerstand zu leisten. Auch auf möglichst leichte Montirung und Auseinandernehmen musste Bedacht genommen werden.

Fig. 335 stellt das neue Stativ als Theil eines „Universal-Gasvolumeters“ vor, wie ich es zusammengestellt habe, um in einem wissenschaftlichen oder Fabrikslaboratorium fast alle bisher für das Gasvolumeter vorgeschlagene Arbeiten mit einem Instrumente ausführen zu können, und wie ich es nachher im Einzelnen beschreiben werde. Das Stativ besitzt einen schweren, gusseisernen, als Trog (zur Aufnahme von verschüttetem Quecksilber) geformten Fuss, der auf dem Fussboden steht, in der Abbildung aber nicht sichtbar ist. Auf diesem erhebt sich eine dreieckige, schmiedeiserne Stange *a*, von 20 mm Seite und 175 cm hoch. Auf dieser gleitet die dem vorliegenden Zwecke entsprechend ein wenig abgeänderte gusseiserne Gabelklammer *b*, mittels einer Hülse, welche einige Vorsprünge zur glatten Führung an *a* besitzt. Nach Aufschiebung der Klammer wird auf der Spitze der Stange *a* die gusseiserne Seilscheibe *c* in höchst einfacher Weise befestigt. In einer Nuth derselben geht das 3 mm starke Stahlseil *d*, das einerseits in der Mitte der Klammer *b*, andererseits im Innern der Seiltrommel *e* auf ebenso einfache wie haltbare Weise befestigt ist. Die Abmessungen sind so gewählt, dass der vor *a* befindliche Theil des Seiles *d* sich in senkrechter Lage befindet, und da *d* zwischen den beiden mit Quecksilber gefüllten Röhren, also am Punkte der grössten Belastung, angreift, so wird die Klammer *b* mit ihren Röhren leicht und sicher senkrecht auf- und niedergleiten. Der hintere Theil des Seiles wickelt sich auf der gusseisernen, mit einer Spiralfurche versehenen Trommel *e* auf und ab, mittels der Kurbel *f*. Den einen seitlichen Abschluss von *e* bildet das gusseiserne Zahnrad *g* mit der Sperrklinke *h*. Das Rad *g* ist in das Ende von *e* eingeschraubt und kann bei Festhalten von *e* gerade mittels der Kurbel *f* leicht ein- oder ausgeschraubt werden, das erstere zum Montiren, das zweite bei

etwaigem Transport des Apparates. Mit 5 bis 6 Drehungen der Kurbel bringt man die Klammer mühelos von der höchsten in die tiefste Stellung (z. B. zum Evacuiren). Beim Heben wirkt die Sperrklinke *h*, beim Senken wirft man diese mittels einer kleinen, in der Figur sichtbaren Handhabe zurück, wobei sie an einen Stift anschlägt.

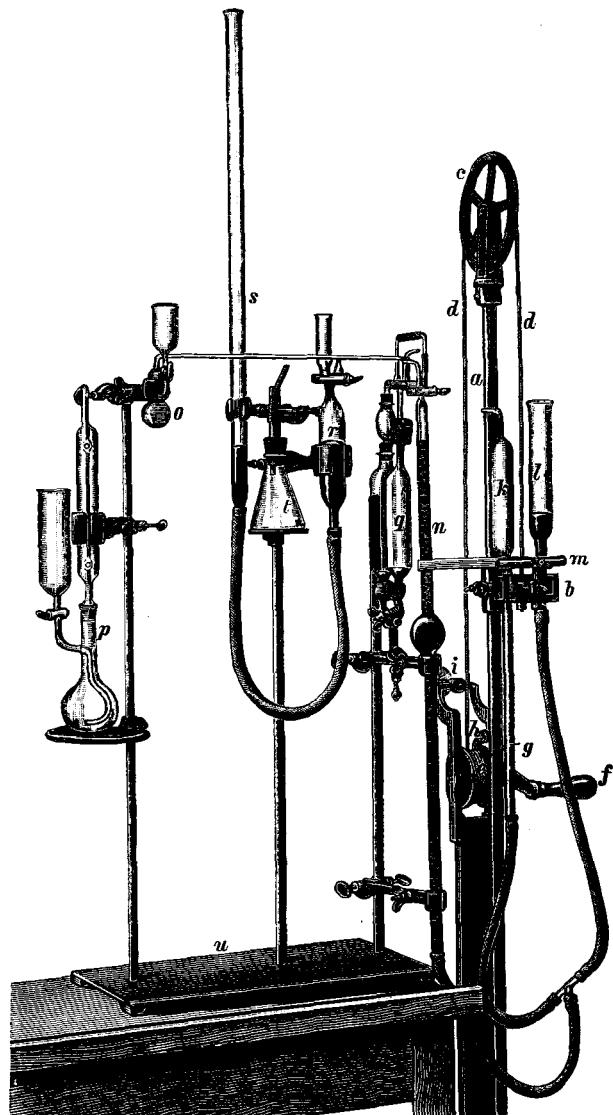


Fig. 335.

Die feine Einstellung der Klammer *b* wird durch die am Gestell der Seiltrommel befestigte Spannvorrichtung *i* bewirkt, indem das Drahtseil *d* durch eine Schraube mehr oder weniger von seiner natürlichen Stellung nach vorn gedrückt wird; man kann dadurch leicht auf  $\frac{1}{4}$  eines Zehntel-cc einstellen.

Selbstverständlich kann man jede der beiden Röhren, das Reductionsrohr *k*<sup>1</sup>) oder

<sup>1</sup>) In der (einer Photographie entnommenen) Zeichnung ist noch ein Reductionsrohr mit Capillare

das Niveaurohr *l*, in der Gabelklammer auf- und niederbewegen, was ja vor jedem Versuche zur genauen Einstellung erforderlich ist; eine sehr grosse Verschiebung ist selten nothwendig, da man das Reductionsrohr in der Regel schon annähernd auf 100 cc eingestellt hält, und mit dem Niveaurohr gemeinschaftlich auf- und niederbewegt.

Behufs der feinen Einstellung ist das von mir in den Ber. d. d. chem. Ges. 1891, 3948 beschriebene Einstellungslinéal mit Wasserwage *m* in einem Vorsprunge der Klammer *b* eingesteckt, in dem es durch eine Stellschraube festgehalten wird; das Lineal reicht seitlich bis zu dem Gasmessrohre *n* hinüber.

Das Gasmessrohr *n* ist so beschaffen, dass es für jede Classe von Operationen brauchbar ist. Es fasst im Ganzen 140 cc (150 cc wäre noch besser, gibt aber eine etwas unbequeme Länge); die Theilung geht oben von 0 bis 30 (in  $\frac{1}{10}$  cc), dann kommt eine Kugel und unterhalb dieser wieder die Theilung von 100 bis 140 cc. Man kann also kleine Gasmengen im oberen und grössere im unteren Theile ablesen; die Menge der zu analysirenden Substanz wird sich stets so wählen lassen, dass das Gas nicht gerade zwischen 30 und 70 cc ausmacht. Durch diese Einrichtung erreicht man es, dass selbst grössere Gasmengen mit Genauigkeit gemessen werden können. Ganz unvermeidlich ist dies ja bei der oben erwähnten Methode zur Bestimmung von Kohlensäure und Kohlenstoff.

Das Gasmessrohr *n* ist zwar in seinen beiden Klammern beweglich, wird aber in der Regel nicht bewegt, da die Klammer *b* alles Nöthige besorgt.

Den oberen Abschluss von *n* bildet ein Friedrichs'scher Patenthahn mit zwei schiefen Bohrungen, von denen die eine zu einer rechtwinkligen, die andere zu einer geraden, kurzen Capillare führt. Die erstere ist in der Zeichnung mit der langen Capillare des Kohlensäure-Bestimmungsapparates *o* verbunden, neben dem auch noch der Kohlenstoff-Bestimmungsapparat *p* gezeigt ist, der freilich nur in Hüttenlaboratorien und ähnlichen Fällen gebraucht werden und anderwärts natürlich fortgelassen werden wird. Zu diesen Apparaten gehört auch das mit der zweiten Capillare von *n* verbundene Orsat-Rohr *q*, das zur Absorption der Kohlensäure dient; für alles Nähere muss ich natürlich auf meine früheren Beschreibungen (d. Z. 1891, 229 und 412) verweisen. An einer anderen Stange des-

selben Statives befindet sich das Schüttelgefäß *r* mit seinem Niveaurohr *s*, das zur Vornahme aller eigentlichen nitrometrischen Operationen dient, d. h. solcher, bei denen Stickstoffsäuren durch Schütteln mit Schwefelsäure und Quecksilber in Stickoxyd übergeführt und als letzteres gemessen werden, also für die Analyse von Nitrose, Salpeter, Pyroxylin, Dynamit u. s. w. Man schaltet dann natürlich den Apparat *o* aus. Endlich trägt diese Stange auf einem verstellbaren Ringe auch das „Anhängeflächchen“ *t*, für Bestimmung von Chlor im Chlorkalk, activem Sauerstoff im Chamäleon und Braunstein, Jod in Jodlösung, Stickstoff in Ammoniaksalzen u. s. w.

Das Universal-Gasvolumeter lässt sich allerdings nicht zur Bestimmung von Dampfdichten nach Neuberg und mir (Ber. d. d. chem. Ges. 1891, 729) und von Stickstoff nach der Dumas'schen Methode (ebendas. 1890, 446) verwenden, da für diese Zwecke eigenthümlich geformte Gasmessrohre erforderlich sind.

Es mag hier auch erwähnt werden, wie das Instrument am besten bezogen werden kann. Sämmliche Glastheile werden von C. Desaga, wohl auch von anderen Apparatenhandlungen, geliefert. Das grobe Stativ *u* mit den 3 Stangen kann man überall erhalten; sein Fuss misst  $45 \times 23$  cm, die Stangen sind 15 mm dick und 87 cm hoch, und stehen in der Mittellinie des Fusses in etwas ungleichen Entfernnungen von einander, nämlich der Mittelpunkt der linken Stange 55 mm vom Rande, die mittlere 22 cm davon entfernt, die rechte (mit dem Gasmessrohre) 15 cm von der mittleren entfernt und 25 mm vom Rande des Fusses. Dieses Stativ steht auf einem 80 cm hohen Tischchen mit Randleiste zum Auffangen von verschüttetem Quecksilber. Das Hauptstativ mit der Gabelklammer und den Vorrichtungen zur Bewegung und genauen Einstellung, einschliesslich des Ableselineals, wird jedenfalls am besten vom Mechaniker Albert Jöge, Rämistrasse, Zürich, bezogen werden, entweder direct oder durch C. Desaga, da Herr Jöge jetzt, wo nach mehrfachen Versuchen ein durchaus brauchbares Instrument herausgekommen ist, zu dem er die Gussmodelle besitzt, dasselbe gewiss nicht nur besser, sondern auch viel billiger als jeder andere Mechaniker liefern kann; der Preis ist weder durch die Kosten der ersten Versuche, noch durch irgendwelche Patentabgabe und dergl. belastet.

gezeigt; in Zukunft werden nur solche mit Becherhahnverschluss angewendet werden.