

und glatte Naphtalinbildung bei der Zinkstaubdestillation eines Benzolderivats unseres Wissens bisher niemals beobachtet wurde, kommt man in Versuchung, das Purpurogallin als Derivat des Naphtalins aufzufassen und die von Girard angenommene Formel $C_{20}H_{16}O_9$ gewinnt dadurch an Wahrscheinlichkeit.

Der von uns gefundene Wasserstoffgehalt würde die Formel $C_{20}H_{14}O_9$, welche 60.55 pCt. Kohlenstoff und 3.46 pCt. Wasserstoff verlangt, kaum weniger wahrscheinlich machen, immerhin ist der Wasserstoffgehalt aber für ein einfaches Naphtalinderivat zu hoch, und liesse viel eher auf ein Derivat eines Naphtalinhydrürs schliessen.

Die Aufstellung einer Constitutionsformel für das Purpurogallin müsste wohl als verfrüht bezeichnet werden, jedenfalls ist aber ein so leichter Uebergang eines Benzolderivats in einen Körper aus der Naphtalinreihe von hohem Interesse.

Bei der Oxydation des Pyrogallols zu Purpurogallin tritt, wie auch Clermont und Chautard beobachteten, reichlich Kohlensäure auf. Es muss hier wohl, ähnlich wie bei der Krokonsäurebildung, die Abspaltung eines Kohlenstoffatoms von dem Benzolkern angenommen werden, wobei sich in diesem Falle zwei der gebildeten Reste zum Naphtalinkern vereinigen.

Basel. Universitätslaboratorium.

272. L. Rügheimer: Ueber einen praktischen Thermo-regulator.

[Mittheilung aus dem chemischen Universitätslaboratorium in Kiel.]
(Eingegangen am 23. April; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. W. Will.)

Im Nachfolgenden beschreibe ich einen Thermoregulator einer Construction, wie sie im hiesigen Laboratorium seit etwa 8 Jahren in Gebrauch ist und sich gut bewährt hat.

Der Apparat besteht aus einer dickwandigen Glasküvette *a* (Fig. 1 und 3), an welche seitlich ein Rohr *h* angesetzt ist und an welche sich unten eine engere u-förmige Röhre *b* anschliesst, die ihrerseits sich bei *c* zu einem kleinen Gefäß erweitert. Das letztere trägt eine Röhre mit einfach durchbohrtem Hahn *d* und eine dickwandige, enge, *U*-förmig umgebogene Röhre *e*. In *a* ist mittelst eines durchbohrten Stopfens die Röhre *g* befestigt, welche unten in das schief abgeschnittene, engere Stück *f* fortsetzt und ausserdem mit einem Loch *i*

versehen ist. Das Rohr *f* berührt mit seiner Spitze das Niveau einer kleinen Menge Quecksilber, dass sich in *b* befindet.

Beim Gebrauch steht *g* mit dem Gashahn, *h* mit der Heizvorrichtung und *e* mit Hilfe eines guten, dickwandigen, engen Kautschuk-

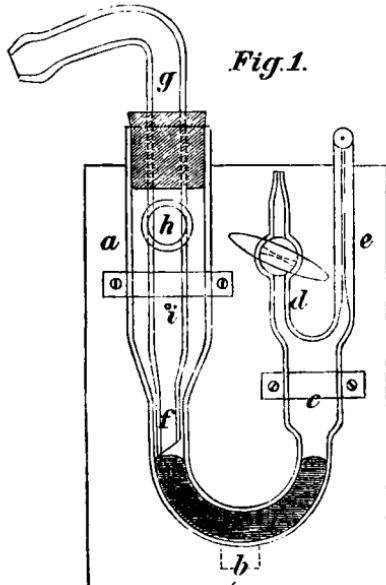


Fig. 1.

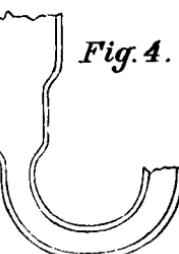
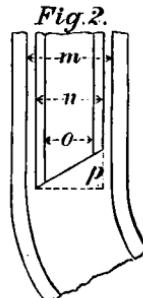


Fig. 4.

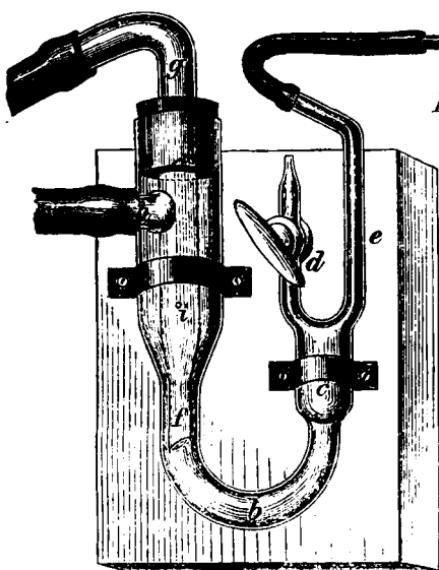
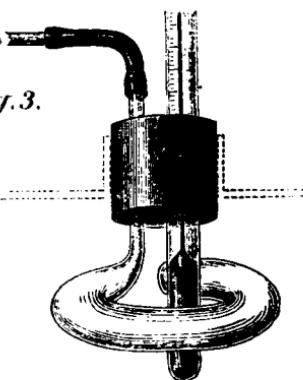


Fig. 3.



schlauches mit einem in dem Heizapparat (Luftbad u. s. w.) befindlichen Luftreservoir in Verbindung. Wird der Gashahn geöffnet, so streicht

das Gas durch *g* und *f* in den zwischen *f* und *b* freibleibenden Raum, von da durch *a* und gelangt durch die Röhre *h* zu den Flammen. Diesen Weg wird es ungehindert nehmen können, so lange der Hahn *d* offen bleibt. Wird dieser jedoch geschlossen, so wird bei einer Steigerung der Temperatur durch die Ausdehnung der Luft im Luftreservoir die Quecksilbersäule gegen *f* gehoben und in Folge dessen durch theilweisen Verschluss der Ausflussöffnung der Röhre *f* der Gaszufluss zu den Flammen vermindert. Bei einem nachherigen Fallen der Temperatur wird die Quecksilbersäule sich senken, die Ausflussöffnung der Röhre *f* und hierdurch der Gaszufluss zu den Flammen vergrössern. Bei vollständigem Verschluss der Ausflussöffnung des Rohres *f* kann durch das Loch *i* noch eine hinreichende Menge Gas strömen, um die Flammen in Brand zu erhalten.

Was die Grössenverhältnisse des Apparates betrifft, so weit dieselben für die Empfindlichkeit des Regulators überhaupt in Betracht kommen, so werden dieselben selbstverständlich von der Menge des zu verbrauchenden Gases, also von dem Querschnitte der Röhre *f* (Fig. 2) abhängen. Die Höhe *p* (Fig. 2) des von *f* abgeschnittenen Theiles habe ich gleich $\frac{1}{2} n$ genommen und wie eine einfache Ueberlegung zeigt, ist der Durchmesser *m* des Lumens der Röhre *b* so zu wählen, dass der Querschnitt des zwischen *f* und *b* bleibenden Theiles der Röhre *b* dem Querschnitt des Lumens der Röhre *f* etwa gleich ist. Was die Grösse des Luftgefäßes betrifft, so wird man gut thun, dasselbe so gross zu wählen, als es der Heizraum irgend gestattet; ich habe es immer mindestens so gross genommen, dass nach annähernder Rechnung die Ausdehnung der eingeschlossenen Luft bei 1° Temperaturerhöhung genügen musste, um die Oeffnung des Rohres *f* vollständig zu schliessen.

Um die Grössenverhältnisse an einem bestimmt Apparat zu geben, so sei hier ein solcher beschrieben, der seit mehreren Jahren als Regulator der Temperatur eines Luftbades Lothar Meyer'scher Construction (diese Berichte XVI, 1087) funktionirt und sich gut bewährt hat. Das Luftbad ist zum Erhitzen von 8 zugeschmolzenen Glasröhren eingerichtet; die Eisenröhren, welche zur Aufnahme der Glasröhren bestimmt sind, sind in 2 Reihen zu je 4 angeordnet. Zwischen diesen beiden Reihen liegt das Luftreservoir von circa 350—360 ccm Inhalt, hergestellt aus einer dünnwandigen, weiten Glasröhre, die an einem Ende zugeschmolzen ist und am anderen Ende in ein dickwandiges, nicht ganz 1 mm weites Glasrohr ausläuft. Das letztere geht durch ein Loch in der Wand des Ofens, wird durch ein Blech vor Zertrümmerung geschützt und steht durch einen dickwandigen Kautschukschlauch mit der ebenso weiten und dicken Röhre *e* (Fig. 1 und 3) in Verbindung. Das Rohr *f* besitzt

einen Durchmesser o (Fig. 2) von 5 mm, eine Wandstärke von 0.75 mm und die Röhre b besitzt einen Durchmesser m von $8\frac{1}{2}$ mm.

Um die Art und Weise des Gebrauches des Regulators darzulegen, sei eine Einstellung einer bestimmten Temperatur des Luftbades mit dem Apparat von den genannten Dimensionen beschrieben. Es ist klar, dass wenn man bereits weit unterhalb der Höhe, die erreicht werden soll, die Temperatur nur sehr langsam steigen lässt, damit die Ungleichheiten derselben innerhalb des Bades während des Anwärmens nur sehr gering bleiben, man durch Abdrehen des Hahnes d die Temperatur an einem bestimmten Punkte wird erhalten können. Indessen sorgt man besser für den Ausgleich der Temperaturen innerhalb des Bades mit Hilfe des Regulators. Man dreht je nach den Umständen kürzere oder längere Zeit, bevor die gewünschte Höhe erreicht ist, den Hahn d ab. Dann steigt die Temperatur noch ziemlich stark, um schliesslich constant zu bleiben oder auch wieder zu fallen. Ist das der Fall, so haben sich die verschiedenen Temperaturen innerhalb des Luftbades ausgeglichen, und man kann durch Oeffnen des Hahnes d und sofortiges Wiederschliessen die Temperatur des Luftbades innerhalb wenige Grade langsam steigen lassen. So wurde, um einen bestimmten Fall anzuführen, beabsichtigt, das oben erwähnte Luftbad zum Erhitzen zugeschmolzener Röhren auf 160 bis 161° zu erwärmen. Der Gashahn wurde vollständig geöffnet und das Bad so rasch als möglich erhitzt, bis das in demselben befindliche Thermometer 150° zeigte. Hierauf wurde der Hahn d geschlossen. Die Temperatur stieg noch bis auf 157° , um dann zu fallen. Es wurde nun der Hahn d geöffnet und sofort wieder geschlossen. Die Temperatur stieg auf 161.5° , um kurze Zeit darauf auf 160° zu fallen. Die dann gelegentlich innerhalb verschiedener Zeitintervalle angestellten Ablesungen des Thermometers während einer Zeit von etwa 6 Stunden ergaben: 161° , 161° , 161.5° , 161.5° , 161° , 161° , 161° , 161° , 160.5° , 161° , 161° , 160.5° , 161° . Ich gebe diese Zahlen, um zu zeigen, dass der Apparat die Temperatur hinreichend constant zu erhalten vermag.

Ist in Folge ungenügender Beaufsichtigung die Temperatur zu Anfang zu hoch gestiegen, so hat man bei offenem Hahn d den Gashahn zu schliessen und abzuwarten, bis die Temperatur unterhalb der Höhe gefallen ist, die man zu erreichen wünscht, dann entzündet man die Flammen wieder und schliesst den Hahn d . Ueberhaupt ist darauf zu achten, dass man, bevor man die Flammen verlöschen lässt, den Hahn d öffnet, da sonst beim Erkalten das Quecksilber gegen das Luftreservoir hin zurücksteigt. Damit übrigens, auch wenn das zufällig unterlassen worden oder eine sonstige unvorhergesehene starke Abkühlung des Luftreservoirs bei geschlossenem Hahn d eingetreten sein sollte, das Quecksilber nicht in das Luftgefäß dringe, ist das Gefäß c am Apparat angebracht, welches hinreichend gross ist, um die

kleine Menge Quecksilber, welche der Apparat enthält, aufnehmen zu können.

Da die Empfindlichkeit des Apparates ganz von dem Verhältniss der Grösse des Luftgefäßes zur Weite der Röhren *b* und *f* abhängt, die Grösse des Luftgefäßes aber, wenn die Empfindlichkeit sich gleich bleiben soll, bei einem Weiterwerden der Röhren *b* und *f* stark wachsen muss, so wird man diese Röhren so eng wählen als es die Höhe der Temperatur gestattet, die man in dem zu erhitzen Apparat überhaupt zu erreichen wünscht, um auch das Luftreservoir, das in dem Heizapparat einen Theil des Raumes wegnimmt, so klein als möglich wählen zu können. Um denselben Apparat bei gleich bleibender Empfindlichkeit mit verschieden grossen Luftgefäßen benutzen zu können, kann man die Röhre *b* aus verschiedenen weiten Theilen anfertigen lassen, wie es in Fig. 4 angedeutet ist. Man hat verschiedene Röhren *g*, deren Ende *f* den verschiedenen Weiten der Röhre *b* entspricht. Will man ein anderes Rohr *g* in Gebrauch nehmen, so ist etwas Quecksilber aus- resp. zuzugießen.

Die Vortheile, welche der eben beschriebene Regulator bietet, sind, dass man ihn bei jeder Temperatur anwenden kann, dass man in jedem beliebigen Moment durch Schliessen des Hahnes *d* die Temperatur constant zu erhalten im Stande ist, falls man nur für eine möglichst gleichmässige Erhitzung des Heizraumes Sorge trägt, ferner, dass man dem im Heizraum befindlichen Luftgefäß eine den jeweiligen Umständen entsprechende Form geben kann. So habe ich, wie bereits erwähnt, als Luftreservoir in einem Luftbad zum Erhitzen zugeschmolzener Glasröhren ein cylindrisches, aus einer weiten Glasröhre hergestelltes Gefäß gewählt; bei gewöhnlichen Oelbädern (Gefäß mit Oel) pflege ich in das Oel eine an ein enges Rohr angeblasene, genügend grosse Glaskugel als Luftreservoir mit einzusenken; für einen kleinen Trockenschrank habe ich als Luftgefäß eine an einem Ende zugeschmolzene, am anderen in ein enges dickwandiges, knieförmig gebogenes Rohr auslaufende weite Glasröhre gewählt, welche spiraling aufgewunden ist, so dass in der Mitte der Spirale die Thermometerkugel Platz findet (Fig. 3). Der Apparat selbst ist an einem Brettchen befestigt, das entweder mit Fuss zum Aufstellen oder mit Oesen zum Aufhängen versehen ist.

Kiel, im April 1887.