Damit ist also nachgewiesen, dass aus *p*-Homosalicylsäure durch Destillation mit Kalk keine Spur von Orthokresol, sondern, wie zu erwarten, Parakresol entsteht, welches nur von etwas Phenol begleitet wird. Letzteres bildet sich wahrscheinlich dadurch, dass der Aetzkalk, ähnlich wie das Aetzkali, nur in viel geringerem Betrage, auch oxydirend wirkt, d. i. die Kresotinsäure in Oxyisophtalsäure verwandelt, welche dann in Kohlendioxyd und Phenol zerfällt.

Die Angabe O. Jacobsen's, dass Orthokresol entstehe, hätte vielleicht folgendermaassen erklärt werden können: Die von ihm verwandte Kresotinsäure war aus α -Metaxylenol, $C_6H_3(OH)_1(CH_3)_2(CH_3)_4$, gewonnen worden, hätte also möglicherweise die isomere Säure $C_6H_3(OH)_1(CH_3)_2(COOH)_4$ enthalten und aus dieser Orthokresol erzeugen können. Allein bei der von uns ebenfalls ausgeführten Kalischmelze reinen α -Metaxylenols — aus reinem α -Metaxylydin nach Noelting¹⁾ erhalten und constant bei 206° siedend — wurde als mit Wasserdämpfen flüchtige Säure einzig α -Kresotinsäure, als unflüchtig ein Gemisch von Oxyisophtalsäure und Paraoxybenzoesäure erhalten, welche letztere aus ersterer secundär durch Abspaltung von Kohlendioxyd entstanden sein muss. Es bleibt also unaufgeklärt, wodurch der nunmehr berichtigte Irrthum entstanden sein könnte; fest steht aber, dass sich Orthokresol unter keinen Bedingungen bildet. Damit dürfte wohl auch die eingangs erwähnte Angabe, dass aus der vom α -Orthoxylenol derivirenden Carbonsäure durch Destillation mit Kalk α -Metaxylenol entstehe, schwerlich aufrecht erhalten werden können. Das fragliche Product wird jedenfalls ein etwas unreines Orthoxylenol gewesen sein, dessen Identificirung auch dadurch erschwert werden musste, dass die sechs Xylenole überhaupt erst viel später scharf charakterisirt worden sind.

Zürich, chem. Laboratorium des Prof. A. Hantzsch.

319, Otto N. Witt: Ueber einige neue Laboratoriumsapparate.

(Eingegangen am 29. Juni.)

Bei der Ausführung verschiedener Arbeiten hat sich im hiesigen Laboratorium das Bedürfniss nach gewissen Hilfsmitteln herausgestellt, welche jeweilen für den betreffenden Zweck neu construiert wurden, sich aber bei weiterem Gebrauch als vielfach verwendbar erwiesen haben. In der Hoffnung, dass dieselben auch anderen Fachgenossen sich nützlich zeigen mögen, erlaube ich mir dieselben hiermit zu beschreiben.

¹⁾ Diese Berichte 18, 2674.

1. Laboratoriumspresse.

Es giebt sehr viele, speciell für den Gebrauch in Laboratorien gebaute Pressen, welche aber dem häufig eintretenden Bedürfnisse, kleine Mengen von Substanzen rasch und in sauberer Weise abzupressen nicht genügen. Ich habe mich seit Jahren zu diesem Zwecke einer gewöhnlichen Copirpresse bedient, welche aber den Fehler hat, dass ihre Pressbacken aus einem angreifbaren Material gefertigt sind und ausserdem nicht leicht herausgenommen und gereinigt werden können. Ich habe daher versucht, eine Presse mit beweglichen Backen aus Porcellan zu construiren. Dabei ergab sich die unerwartete Schwierigkeit, dass die Herstellung genügend starker, massiver Porcellanklötze nur sehr schwer gelingt, während hohle Klötze, selbst wenn die Scherbenstärke 2 cm und mehr beträgt, bei einigermassen starkem Druck zerpresst werden.

Hr. Dr. Heinecke, Director der Königl. preussischen Porcellanmanufaktur, hat die grosse Freundlichkeit gehabt, auf meine Bitte die Herstellung massiver Porcellanklötze in die Hand zu nehmen, wofür ich ihm auch an dieser Stelle meinen verbindlichsten Dank sage. Die Pressbacken, welche jetzt von der Porcellanmanufaktur hergestellt werden, bestehen aus vollständig dichter Porcellanmasse und sind ausserdem glasirt. Das Untertheil hat 240 mm im

Quadrat und ist mit einer ringsherumlaufenden Rinne versehen, welche die ablaufende Flüssigkeit auffängt und, wenn dieselbe sehr reichlich ist, durch eine Schnauze abfliessen lässt. Das Obertheil bildet eine Pyramide von 155 mm im Quadrat und 85 mm Dicke, welche an ihrer abgestumpften Spitze von einer gusseisernen mit Kautschuk gefütterten Kappe gefasst und umschlossen wird. Die Pressflächen beider Backen sind sauber geschliffen und mit Rinnen versehen, welche sich kreuzen und der aus dem Pressgut austretenden Flüssigkeit Abzug gewähren. Die beiden Backen sind vollkommen frei, so dass sie jederzeit herausgenommen und gereinigt werden können.

Die eigentliche Presse ist auf meine Bitte von der Maschinenfabrik von Rudolph & Kühne in Berlin N. construirt worden. Sie

besteht aus einer sehr starken Spindelpresse, welche ganz aus Stahl und Gusseisen erbaut ist. Die Spindel ist aus Stahl gefertigt, sehr dick, und hat ein sehr flaches Gewinde mit abgerundeten Kanten. Durch Drehen an dem Handrade, welches sie trägt, kann ein stetig wachsender und schliesslich sehr bedeutender Druck ausgeübt werden.

Die Presse ist in der beifolgenden Abbildung dargestellt. Sie wird von der Firma Kähler & Martini in Berlin in den Handel gebracht.

2. Rührwerk.

Die Verwendung mechanischer Rührvorrichtungen auch bei Arbeiten in kleinerem Maassstabe hat in den Laboratorien sehr zugenommen, seit den Chemikern in der Rabe'schen Turbine eine billige und bequeme Quelle motorischer Kraft erschlossen worden ist. Die Mehrzahl der bisher üblichen Rührwerke leidet indessen an dem Fehler, dass die ohnehin nur geringe Kraft der Turbine zum grossen Theil dazu verwendet wird, die ganze Flüssigkeit in dem Gefäss herumzuführen, wobei sie an den Wänden desselben emporsteigt und nicht selten überläuft. Ein eigentliches Durchrühren der Flüssigkeit findet dabei nur in geringem Maasse statt.

Es schien mir wünschenswerth, einen einfachen Rührapparat zu haben, welcher, ähnlich den in manchen Anilinfabriken angewandten überaus wirksamen Propellerrührern, die Flüssigkeit von unten nach oben durchrührt und so auch nicht mischbare Flüssigkeiten von starkem Unterschiede der Dichte auf das Innigste vermengt. Die zunächst versuchte Verwendung kleiner, aus Glas gefertigter Propeller-

schrauben erwies sich als unzweckmässig, führte aber schliesslich zur Construction des beistehend abgebildeten kleinen Apparates, dessen Wirksamkeit eine sehr grosse ist.

Derselbe besteht aus einer kleinen, 20 — 25 mm im Durchmesser messenden gläsernen Birne, deren dickes Ende an einen Glasstab angeschmolzen ist, während das abwärts gerichtete dünne Ende offen bleibt. Im Umkreise ihres grössten Durchmessers ist die Birne mit vier Löchern versehen, deren jedes so gross sein muss, wie das eine an der Spitze befindliche. Der Glasstab wird durch ein als Lager dienendes, den Stab genau umschliessendes Glasrohr von 6—7 cm Länge gesteckt und an seinem oberen Ende mit einem Holzröllchen von solcher Grösse versehen, dass bei directer Uebertragung der Kraft von der Rabe'schen Turbine eine Geschwindigkeit von etwa 5000 Touren per Minute erzielt wird. Zur sicheren Befestigung des Holzröllchens wird dasselbe mit einer Keilnuth versehen und in diese wird ein Pföckchen aus hartem Holz eingetrieben. Lässt man den so vorbereiteten Apparat im Inneren einer Flüssigkeit rotiren, so wird zunächst durch die Centrifugalwirkung die Flüssigkeit aus dem Inneren der Birne durch die seitlichen Löcher herausgeschleudert; es entsteht ein Vacuum in der Birne, welches die Flüssigkeit aus den unteren Theilen des Gefässes veranlasst, in die Birne hineinzusteigen; sie wird aber sogleich wieder herausgeschleudert und zur Hebung neuer Flüssigkeitsmengen verwendet. Dieses Spiel der Kräfte lässt sich namentlich dann gut beobachten, wenn man eine sehr schwere dunkelgefärbte Flüssigkeit, wie z. B. eine Auflösung von Jod in Schwefelkohlenstoff, in einer leichteren, wie z. B. Wasser, durch den Apparat verrühren lässt. Die Wirkung des Apparates ist ungemein rasch und kräftig, eine Rotation der ganzen Flüssigkeitsmasse tritt bei richtiger Aufstellung nie ein und man kann daher die verwendeten Gefässe bis fast an den Rand füllen, ohne ein Ueberlaufen befürchten zu müssen.

Der geringe Durchmesser des Apparates gestattet es, denselben in das Innere von Kolben einzuführen und das als Lager dienende Glasrohr einfach in einen Kork einzusetzen, es können so Destillationen, am Rückflusskühler siedende Flüssigkeiten u. dgl. energisch durchgerührt werden, was unter Umständen sehr vortheilhaft ist. Man kann auch, wenn man den Apparat nur mit seiner Spitze in die Flüssigkeit eintauchen lässt, diese zu einem feinen Sprühregen zerstäuben oder endlich den Apparat zum Durchlüften von Flüssigkeiten benutzen, indem man statt des Glasstabes ein Thermometerrohr als Achse verwendet und durch die Höhlung desselben Luft ansaugen lässt oder beliebige Gase zuleitet.

Ich bemerke noch, dass sich als Schmiermittel für das Lager des Apparates eine Mischung aus Vaseline und wasserfreiem Lanolin am besten bewährt hat. Bei ungenügender Schmierung findet ein Heisslaufen und Ausschleifen des Lagers statt.

Mit Hülfe dieses Apparates gelingt es, manche im Grossbetriebe chemischer Fabriken in eigenartiger Weise ausgeführte Operationen,

wie z. B. die Nitrirung der Benzolkohlenwasserstoffe durch Zufließen der Säure zum Kohlenwasserstoff, die Reduction von Nitrobenzol zu Anilin mit Hülfe von Eisen und sehr wenig Salzsäure, die Sulfirung von 3 Theilen Toluol mit bloß 5 Theilen englischer Schwefelsäure u. a. m. in tadelloser Weise durchzuführen. Es empfiehlt sich daher die Verwendung dieses einfachen kleinen Apparates namentlich auch da, wo es darauf ankommt, die von der Technik für ihre sehr vollkommenen Apparate ausgearbeiteten Methoden in kleinem Maassstabe zu wiederholen.

Auch dieser Apparat wird in guter Ausführung von der Firma Kähler & Martini in den Handel gebracht.

Eine ebenfalls im hiesigen Laboratorium ausgearbeitete und bewährte Form eines Vacuumexsiccators ist in der nachfolgenden Abhandlung beschrieben.

Charlottenburg, Juni 1893.

Technol. Laborat. der Kgl. Techn. Hochschule.

320. O. Ernst: Neuer Hahn für Vacuumexsiccatoren.

(Eingegangen am 29. Juni.)

Die seither gebräuchliche Vorrichtung zur Verbindung von Exsiccatoren mit der Luftpumpe besteht aus einem in den seitlichen Tubus eingeschlifften Rohr, welches zum Zwecke der Absperkung mit einem Hahn versehen ist. Bei dieser Anordnung erhält das Rohr meist eine ziemliche Länge, zumal wenn noch, um ein leichtes Ueberstreifen des Verbindungsschlauches zu ermöglichen, eine Metallhülle angesetzt ist, es fällt leicht aus dem Tubus heraus und der Exsiccator ist unbequem zu handhaben.

Der neue Hahn bildet gleichzeitig das Durchgangsrohr für die Luft und ist aus Glasrohr hergestellt. Das eine Ende am erweiterten eingeschliffenen Theil ist geschlossen, das andere offene Ende dient zum Ueberstecken des Schlauches und ist gewellt. Seitlich befinden sich zwei Ansätze, die beim Drehen des Hahnes als Griffe dienen. In der Mitte der Schlifffläche hat der Hahn eine seitliche Bohrung *a* und beim Tubus beginnt hier der schmale Einschnitt *b*, welcher am inneren Rande endigt. Es ist also die Verbindung zwischen der äusseren Luft und dem Innern des Exsiccators hergestellt, wenn die Bohrung im Hahn und der Einschnitt im Tubus zusammenkommen; wird aber der Hahn nur um wenig gedreht, so hört die Communication auf. Der eine seitliche Griffansatz ist am Ende mit einem