

Neue Apparate und Beobachtungsmethoden.

Neue automatische Quecksilberluftpumpe¹ und Destillation von Arsenkies, Glaukodot und Kobaltglanz im Vakuum der Kathodenstrahlen.

Von A. Beutell in Breslau.

Mit 2 Textfiguren.

Die zahlreichen, bereits vorhandenen Quecksilberluftpumpen sind für den täglichen Gebrauch im Laboratorium wenig geeignet. Sehr lästig ist bei den älteren Konstruktionen von GEISLER und TÖPLER der Umstand, daß man die schwere Quecksilbermasse von etwa 15 kg Gewicht beständig zu heben und zu senken hat. Außerdem arbeiten die Pumpen trotz ihrer großen Abmessungen relativ langsam, da durch das Heben und Senken des Quecksilbers zu viel Zeit für das Pumpen verloren geht. Auch leidet die Höhe des Vakuums bei diesen Konstruktionen dadurch, daß beim Passieren von Hähnen und Schläuchen das Quecksilber sehr bald unsauber wird. Sowohl bezüglich der Schnelligkeit als auch der Höhe des Vakuums bedeutet die SPRENGEL'sche, kontinuierlich wirkende Pumpe einen bedeutenden Fortschritt, besonders seit sie durch KAHLBAUM zur automatischen Pumpe umgestaltet wurde. Trotz dieser Verbesserungen hat sich auch die KAHLBAUM'sche Pumpe nicht in den Laboratorien einbürgern können. Es liegt dies hauptsächlich an ihrer großen Höhe von fast 2 m, sowie an der beträchtlichen Quecksilbermenge von 10 kg. Auch der Umstand, daß das Fallrohr bei ständigem Gebrauch der Pumpe sehr bald zerschlagen wird durch die starken Schläge des Quecksilbers, welche von kräftigen elektrischen Entladungen begleitet sind, ist außerordentlich störend.

Die in Folgendem beschriebene Pumpe vermeidet alle diese Übelstände, ohne in betreff der Schnelligkeit und der Höhe des Vakuums hinter der KAHLBAUM'schen Pumpe zurückzubleiben.

Die Höhe der Pumpe ist auf weniger als die Hälfte reduziert, so daß sie auf jedem Arbeitstisch untergebracht werden kann. Die Quecksilbermenge konnte außerordentlich vermindert werden; sie beträgt bei dem größten Modell (Typ 1) Fig. 1 nur den 30. Teil, bei dem kleinsten Modell (Typ 3) nur den 80. Teil der KAHLBAUM-Pumpe. Das Zerschlagen des Fallrohrs ist durch Anbringung eines Luftpolsters (D.R.P.) vermieden worden. Zum bequemen Reinigen der Pumpe, was am zweckmäßigsten mit heißem Königs-

¹ Jahresber. Schles. Ges. 1910. p. 1. Chemiker-Ztg. 1910. No. 150.

wasser geschieht, ist sie derartig am Stativ befestigt, daß sie mit einem Griff davon gelöst werden kann.

Die Konstruktion ist aus Fig. 1 ersichtlich. Nachdem der Schliff entfernt worden ist, wird die nötige Quecksilbermenge in

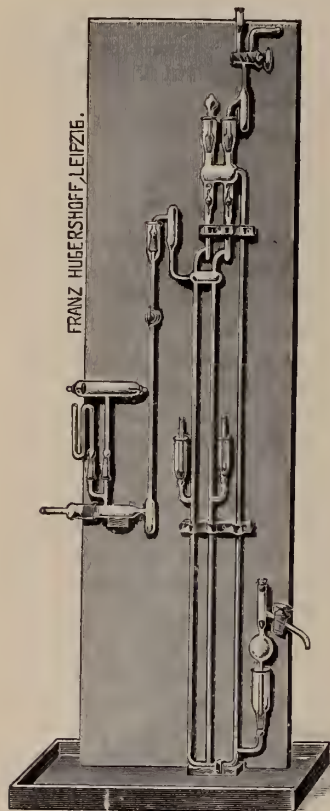


Fig. 1.

das unten rechts befindliche kleine Gefäß (Fig. 1) gegossen und dann der Schliff aufgesetzt. Der untere Hahn wird geschlossen, während der obere, doppelt durchbohrte, mit der Wasserstrahlpumpe in Verbindung gesetzt wird. Beim ersten Anpumpen bleibt ein Teil des Quecksilbers im untersten Gefäß, und es ist daher nötig, durch Lüften des Schliffes den Rest des Quecksilbers in die Pumpe treten zu lassen; man läßt nur soviel zurück, daß der Schliff abgedichtet bleibt. Wenn das Manometer nicht mehr sinkt, wird der untere Hahn um 180° gedreht, und von nun an arbeitet die Pumpe automatisch weiter. Die zum Heben des Quecksilbers nötige Luft tritt durch den voll geöffneten, unteren Hahn ein und ist durch einen im Schliff angebrachten Asbestpfropf reguliert. Die Spitze, aus welcher der Quecksilberstrahl austritt, ist eingeschliffen und kann jederzeit aus der Pumpe entfernt werden. Die Luftpolster werden durch die in halber Höhe des Fallrohrs angebrachten seitlichen Röhrchen geschaffen. Dieselben sind mit einem kleinen, fest eingesetzten Kork ver-

schlossen, denn es genügt die geringe Luftmenge, welche durch die Poren diffundiert, um die Schläge des Quecksilbers ungefährlich zu machen. Bei dem großen Modell (Fig. 1) sind diese Röhrchen nicht an die Pumpe angeschmolzen, sondern mittels Becherschliffs eingesetzt. Selbst bei wochenlangem, ununterbrochenem Betrieb bedarf die Pumpe keiner Nachregulierung.

Um sie außer Betrieb zu setzen, wird zunächst der untere und dann der obere Hahn um 180° gedreht. Pumpe und Rezipient füllen sich dann langsam und gefahrlos mit Luft, da ihr Eintritt durch einen im Hahnrohr angebrachten Asbestpfropfen ein für allemal geregelt bleibt.

Das Eigenvolumen der Pumpe ist so gering bemessen, daß sie sich bei abgesperrtem Rezipienten in außerordentlich kurzer Zeit auf Kathodenvakuum leer pumpt. Die Doppelpumpe (Fig. 1) braucht hierzu nur 15 Sekunden, und die kleinste einfache nur 1 Minute. Die an die Pumpe angeschmolzenen Schiffe haben sämtlich Quecksilberdichtung und sind daher ohne Fettung zu verwenden. Das zirkulierende Quecksilber kommt weder mit Fett noch mit Schlauch in Berührung und bleibt stets vollkommen rein. Erst nach tagelangem Arbeiten bemerkt man im Steigrohr einen gelblich grauen Beschlag von gelbem Quecksilberoxyd, vermischt mit metallischem Quecksilber, doch bleibt das zirkulierende Quecksilber trotzdem vollkommen rein und blank.

Die Nebenapparate sowie auch der Schliß, an welchem das Destillationsrohr angeschlossen wird, befinden sich nur 30 cm über dem Tisch, so daß man bequem mit einem Bunsenbrenner erhitzen kann.

Besonders betont muß noch werden, daß nur reines Quecksilber zum Pumpen zu verwenden ist, da sich unreines sehr schnell oxydiert und im hohen Vakuum versagt. Bei der sehr empfohlenen Reinigung des Quecksilbers durch Destillation im Vakuum läßt man allgemein außer acht, daß im luftleeren Raum nicht nur Fett und seine Zersetzungsprodukte, sondern auch gelöste Metalle, wie Zink, Blei und andere, quantitativ mit übergehen. Ich reinige das Quecksilber schon seit vielen Jahren nach folgender, sehr einfacher Methode: Alles schmutzige Quecksilber wird in einer Flasche mit etwas konzentrierter Schwefelsäure aufbewahrt. Hat sich eine genügende Menge Quecksilber angesammelt, so wird es mit Wasser unter der Wasserleitung gewaschen und dann mit starker Natronlauge gekocht. Nach abermaligem Waschen mit Wasser wird das Quecksilber mit Fließpapier getrocknet und dann noch heiß durch ein Filter mit abgeschnittener Spitze gegossen. Es bleibt vollständig blank und dient für Pumpen, Manometer und alle sonstigen Anwendungen. Zahlenmäßige Daten über Höhe des Vakuums, Schnelligkeit und die zum Betrieb erforderlichen Quecksilbermengen meiner Pumpen im Vergleich mit einigen der gebräuchlichsten Konstruktionen geben die folgenden Tabellen. Die Messungen beziehen sich sämtlich auf einen Rezipienten von 500 ccm.

	Original W. A. KAHL- BAUM	KAHLBAUM nach Angaben des phys. Inst. Breslau	TÖPLER	STUHL'sche Spiralpumpe
	mm	mm	mm	mm
10 Min.	—	0,0260	0,0440	2,50
15 "	0,00015	0,0020	0,0020	1,75
20 "	—	0,0006	0,0019	0,75
25 "	—	—	—	0,44
Quecksilber . .	10 kg	—	11,8 kg	0,55 kg

BEUTELL'sche Pumpe mit Luftpolster.

	Typ 1	Typ 2	Typ 3	Typ 3 ohne Trocknung
	mm	mm	mm	mm
10 Min.	0,0007	0,0120	0,0900	0,1300
15 "	0,00015	—	—	—
20 "	0,00011	0,00025	0,0025	0,0100
25 "	—	—	0,00055	0,0065
Quecksilber . .	0,29 kg	0,18 kg	0,12 kg	0,12 kg

Die Destillation des Arsenkieses, Glaukodots und Kobaltglanzes wurde in Jenaer Kaliglasröhren von 3,5 mm lichter Weite vorgenommen. Der Anschluß des Rohres kann mit Vakuumschlauch geschehen, doch darf nicht verschwiegen werden, daß nur ganz neuer Schlauch wirklich dicht hält. Sobald er kristallinisch wird, läßt er Luft durch, und dies tritt schon nach kurzer Zeit ein. Aus diesem Grunde habe ich es vorgezogen, das Rohr anzuschmelzen. Da sich Kali- und Natronglas nicht verschmelzen lassen, wurde an das Ansatzrohr ein Becherschliff angeschmolzen, dessen oberer Teil aus Kaliglas gefertigt war. An Stelle des Schliffes hat sich auch ein weiteres Rohr mit Kork und darübergeschüttetem Quecksilber bewährt, doch dauert in diesem Falle das Auspumpen viel länger, da Luft und Feuchtigkeit nur sehr langsam aus den Poren entweichen.

Das Destillationsrohr wählt man am besten etwa 50 cm lang, um zu vermeiden, daß Spuren des Destillats bis in die Pumpe gelangen. Das Mineralpulver gibt man zunächst in ein kurzes, unten zugeschmolzenes Rohr und schmilzt dieses nach der Füllung an das lange Destillationsrohr, da sonst feine Teilchen an den Wandungen hängen bleiben.

Das Erhitzen geschah mit einem großen Bunsenbrenner mit Schlitzaufsatz. Um eine gleichmäßige Erwärmung des Glases zu erzielen, wurde der zu erheizende Teil des Rohres mit dünnem Kupferblech umhüllt. Die Versuchsanordnung ist in Fig. 2 veranschaulicht. Das U-förmig gebogene, mit Becherschliff versehene Rohr ist mittelst eines gewöhnlichen Fettschliffes an das Trockengefäß angesetzt¹. Der



Fig. 2.

Übersichtlichkeit wegen ist in der Abbildung das Rohr in die Pumpebene gestellt. In Wirklichkeit ist es zweckmäßiger, das-

¹ Für Luftpumpen ist nur sogen. Hahnfett, welches aus Lanolin und Wachs besteht, zu verwenden, da sonst die Schliffe leicht undicht werden.

selbe senkrecht zur Pumpe anzuordnen (durch Drehung im Becherschliff), da man es dann sowohl seitwärts als auch vertikal bewegen kann.

Die Destillation im Kathodenvakuum macht auch die geringsten Spuren destillierender Dämpfe sichtbar. Bei schwachem Erhitzen kann man ganz deutlich beobachten, wie z. B. beim Glaukodot zuerst ein weißer Beschlag von As_4O_6 , dann ein gelber von Schwefel und erst noch später ein schwarzer Arsenspiegel erscheint. So geringe Schwefelmengen wären in der Luft kaum nachzuweisen.

Zur Analyse wurden die einzelnen Destillate abgeschnitten und getrennt analysiert. Zunächst wurde der Schwefel und das amorphe Arsen durch Schwefelkohlenstoff gelöst, zu welchem Zwecke das Röhrchen 12—14 Stunden in einem Probierröhr mit Schwefelkohlenstoff stehen gelassen wurde. Um eine Zersetzung des Schwefelkohlenstoffs (d. h. Ausscheidung von Schwefel aus demselben) zu verhüten, muß die Extraktion im dunkeln ausgeführt werden. Hierauf wurde mit heißem Wasser digeriert, um das Arsensäureanhydrid in Lösung zu bringen, und der dann noch bleibende Rest mit Salpetersäure gelöst.

Die Anfertigung der Pumpe hat FRANZ HUGERSHOFF, Leipzig, Karolinenstr. 13, übernommen.

Breslau, Min. Institut der Universität, März 1911.

Besprechungen.

O. Lehmann: Die neue Welt der flüssigen Kristalle und deren Bedeutung für Physik, Chemie, Technik und Biologie. Mit 246 Abbildungen. 388 p. Leipzig, Akad. Verlagsgesellschaft.

O. LEHMANN ist unablässig bemüht, seine Beobachtungen und Ansichten über die von ihm entdeckten flüssigen Kristalle der wissenschaftlichen Welt und weiteren Kreisen zu unterbreiten. Nachdem er seine Beobachtungen in zahlreichen Abhandlungen, über die im N. Jahrb. f. Min. etc. regelmäßig Bericht erstattet worden ist, mitgeteilt hat, hat er sie in einem umfangreichen, mit 483 Textfiguren und 39 Tafeln ausgestatteten Werk „Flüssige Kristalle“, 1904, in Zusammenhang dargelegt und danach in kleineren, für weitere Kreise bestimmten Werken: — Flüssige Kristalle und die Theorien des Lebens (1906), Die scheinbar lebenden Kristalle (1907), Flüssige Kristalle, Myelinformen und Muskelkraft (1910) und Das Kristallisationsmikroskop und die damit gemachten Entdeckungen, insbesondere die der flüssigen Kristalle (1910) — bald in dieser, bald in jener, manchmal recht polemisch

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Centralblatt für Mineralogie, Geologie und Paläontologie](#)

Jahr/Year: 1911

Band/Volume: [1911](#)

Autor(en)/Author(s): Beutell A.

Artikel/Article: [Neue automatische Quecksilberluftpumpe und Destillation von Arsenkies, Glaukodot und Kobaltglanz im Vakuum der Kathodenstrahlen. 491-495](#)