

diastrophischer und faunistischer Vorläufer der patagonischen Stufe zuschreibt, nicht berührt; ferner auch nicht das von WINDHAUSEN geklärte Verhältnis der zwischen San Jorge- und patagonischer Stufe sich einschaltenden säugetierführenden Schichten (Chinchinales-Stufe) zu dem Dinosaurier-Horizont der bunten Sandsteine. Ob nun die Archhelenis eine solche Ausdehnung hatte, daß sie einen direkten Faunenaustausch zwischen der Tethysregion und Patagonien verhinderte, mag dahingestellt bleiben und soll hier noch nicht näher erörtert werden.

Freiberg i. S., Geol. Institut der Bergakademie, April 1919.

## Automatische Quecksilberluftpumpe für hohes Vakuum mit Auffangvorrichtung für die ausgepumpten Gase.

Von **A. Beutell** und **P. Oberhoffer** in Breslau.

Mit 4 Textfiguren.

Bei chemisch-mineralogischen Untersuchungen im Vakuum über Arsenkies, Glaukodot, Glanzkobalt, Hauerit, Pyrit, Markasit, Magnetkies, Zinkblende, Wurtzit und Löllingit (A. BEUTELL, dies. Centralbl. 1911, 316—320; 411—415; 663—673; 1913, 758—767; E. ARBEITER, Diss. Breslau 1913; A. BEUTELL und H. MATZKE, dies. Centralbl. 1915, 263—272; A. BEUTELL und FR. LORENZ, ebenda. 1916, 10—22) waren fast stets Gase in geringerer oder größerer Menge aufgetreten. Betreffs ihrer Natur konnte zunächst nur festgestellt werden, daß häufig beim Öffnen der Rohre Geruch nach Schwefelwasserstoff, einige Male auch nach aromatischen Substanzen auftrat. Der Wunsch, die Gase auffangen und analysieren zu können, war naturgemäß bald rege geworden, doch fehlte hierfür eine geeignete Apparatur. Von älteren Quecksilberluftpumpen sind zwar die GEISSLER'sche und die TÖPLER'sche mit Vorrichtungen zum Auffangen der Gase versehen, doch geht mit dem Heben und Senken des Quecksilbers soviel Zeit verloren, daß sie für umfangreiche Untersuchungen kaum in Frage kommen. Die Pumpen SPRENGEL'schen Systems, welche, wie die KAHLBAUM'sche und die von BEUTELL konstruierte, das Quecksilber mit Hilfe einer Wasserstrahlpumpe zirkulieren lassen, entsprechen, was Schnelligkeit des Arbeitens anbelangt, billigen Anforderungen, doch gestatten sie nicht, die abgesaugten Gase aufzufangen; dasselbe gilt von den noch schneller wirkenden Pumpen mit Motorantrieb wie die GÄDE'sche.

Neuerdings hat GOERENS die ursprüngliche Kahlbaumpumpe zum Aufsaugen von Gasen eingerichtet (Stahl u. Eisen, 1910, 1514. J. PAQUET, Diss. Halle 1915), doch haften diesem Modell noch einige

Mängel an, welche das Arbeiten umständlich und zeitraubend gestalten. Von Prof. P. OBERHOFFER auf das dringende Bedürfnis hingewiesen, welches eine Auffangvorrichtung für Gase bei der Untersuchung von Eisen und anderen Metallen haben würde, sind die Verfasser zusammen der Konstruktion einer derartigen Pumpe näher getreten. Da sich die von A. BEUTELL konstruierte verkürzte Pumpe inzwischen in den verschiedenen Laboratorien bewährt hatte, so konnte sie der Neukonstruktion zugrunde gelegt werden. Von besonderem Vorteil war es hierbei, daß eine von P. OBERHOFFER angeregte Arbeit über die im Eisen enthaltenen Gase, welche von PIWOWARSKI durchgeführt wurde, die praktischen Anforderungen genau formulierte und eine dauernde, eingehende Prüfung und Verbesserung aller Neuerungen ermöglichte.

Wie Fig. 1 zeigt, ist die Gesamtansicht der Pumpe wenig geändert worden: auch das neue Modell wird für besonders rasches Arbeiten mit zwei Fallrohren angefertigt, wie es die Abbildung auf p. 492 dies. Centralbl. von 1911 darstellt.

Damit die abgesaugten Gase nicht wie bisher durch die Wasserstrahlpumpe bei N entweichen, ist zwischen dem Fallrohr Fa und dem Steigrohr St der Rezipient E eingebaut, welcher oben mit einem Dreiweghahn verschlossen ist. Um ein bequemes Reinigen der Pumpe zu gewährleisten, ist er nicht angeschmolzen, sondern durch Becherschliff und Quecksilberdichtung mit der Pumpe verbunden. Das Steigrohr St ist an seinem unteren Ende mit einer Erweiterung versehen worden, welche verhindert, daß Luft von L aus in den Gasbehälter E gelangen kann. Der obere Behälter M mußte, um das Quecksilber des Rezipienten, welches durch das angesammelte Gas verdrängt wird, aufnehmen zu können, entsprechend vergrößert werden. Die für den Betrieb erforderliche Quecksilbermenge beträgt etwa  $100 \text{ cm}^3$  anstatt  $20 \text{ cm}^3$  bei der früheren Pumpe. Zur Regelung des Lufteintritts bei L ist an Stelle des bisher verwandten Asbeststopfens eine dickwandige, enge Kapillare angeschmolzen, welche durch Überstülpen eines oben geschlossenen Glasröhrchens gegen Verunreinigung geschützt wird. Auch der obere Dreiweghahn N trägt — um die luftleere Pumpe gefahrlos mit Luft füllen zu können — eine etwas weitere Kapillare anstatt des früheren Asbeststopfens. Ferner mußte die Luftpolster- vorrichtung bei D, welche das bei anderen Tropfpumpen unvermeidliche Zerschlagen der Fallrohre durch das fallende Quecksilber unmöglich macht, geändert werden. Da sich die durch die Poren der beiden Korke eindringende Luft mit den angesaugten Gasen mischen würde, muß der Lufteintritt während des Absaugens der Gase abgestellt werden. Zu diesem Zwecke sind die beiden Schlitze D, in denen die Röhrchen mit den Lüftungskorken sitzen, unter  $45^\circ$  zu den Fallröhren geneigt, und die Röhrchen selbst sind rechtwinklig umgebogen. Gießt man über die beiden Korke einige

Tropfen Quecksilber und verschließt dann das obere Ende mit einem Stopfen, so kann man durch Drehen der Röhren nach Wunsch die Lüftungskorke mit Quecksilber verschließen oder frei lassen: ein seitlich angebrachtes kleines Loch gestattet der Außen-

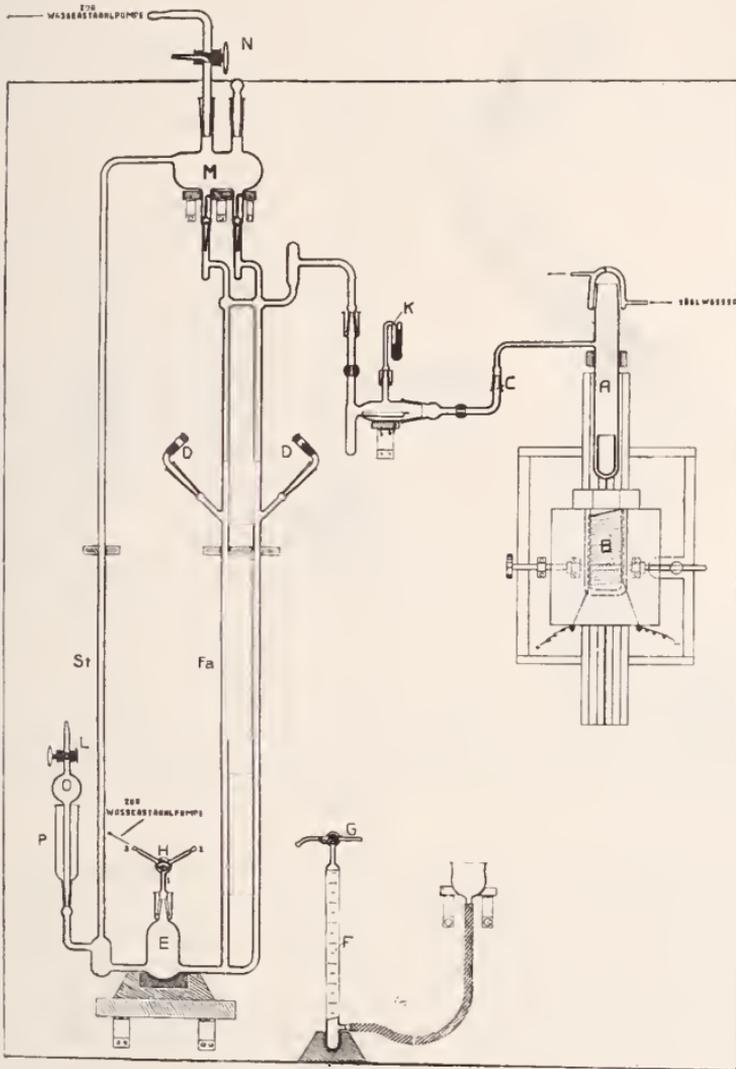


Fig. 1.

luft freien Zutritt (vgl. Fig. 2). Zum völligen Evakuieren der Apparatur vor dem Austreiben der Gase aus dem Untersuchungsmaterial dreht man die Röhren so, daß die umgebogenen Enden nach unten hängen, damit Luft durch die Korke in die Fallröhren eindringen kann. Sobald die Gasentwicklung einsetzt, dreht man die Röhren um  $180^\circ$  in die Stellung, welche die Abbildung 1

veranschaulicht, wodurch die Korke gegen die Außenluft abgedichtet werden. Die aus dem zu evakuierenden Raume in den beiden Fallröhren mit dem Quecksilber niedergeführten Gase steigen im Gefäß E auf und sammeln sich hier. Zu Beginn des Versuches

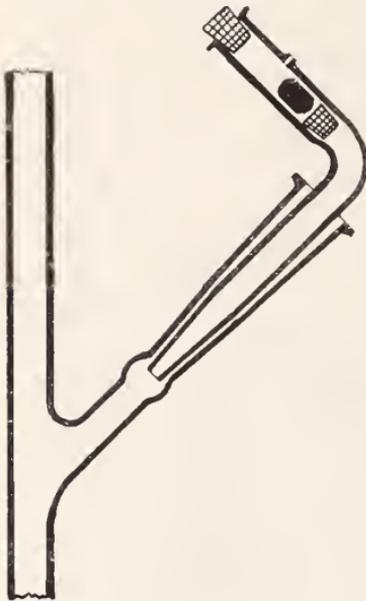


Fig. 2. Lüftungsrohr.  $\frac{2}{3}$  nat. Gr.

ist dieses Gefäß bis zum Hahn E, also vollständig mit Quecksilber gefüllt. Da vor der Erhitzung und dem eigentlichen Absaugen der im Probenmaterial enthaltenen Gase die ganze Apparatur luftleer sein muß, sind demnach zwei Operationen zu unterscheiden: das Evakuieren der Apparatur und das Absaugen der Gase. Die beim Auspumpen im Gefäß E angesammelte Luft muß natürlich vor der zweiten Operation entfernt werden. Dies geschieht dadurch, daß man den vorher geschlossenen Dreiweghahn H mit Schenkel 3 an eine Zweigleitung zur Wasserstrahlpumpe anschließt und den Hahn vorsichtig in die Stellung 1—3 bringt. Eine zweite Wasserstrahlpumpe ist hierfür nicht erforderlich, vielmehr wird das Absaugen der Luft aus dem Rezipienten E von derselben Pumpe

besorgt, welche die Quecksilberpumpe betreibt; dieselbe bleibt während des Absaugens in ungestörtem Betriebe. Das nachdringende Quecksilber füllt das Sammelgefäß E bis zum Hahn. Ist dies geschehen, so schließt man den Hahn, und das Aufsaugen der Gase kann beginnen.

Auch bei der neuen Pumpe kommt das zirkulierende Quecksilber nirgends mit Fett oder Gummischlauch in Berührung, und deshalb bleibt es selbst bei wochenlangem Arbeiten rein und blank.

Die in Fig. 1 erkennbare Meßbürette F mit Niveaugefäß kann durch den Dreiweghahn G je nach Bedarf mittels Gummischlauchs an das Gassammelgefäß E (Hahnstellung 1—2) oder an die Analysiervorrichtung Fig. 3 (hier nochmals eingezeichnet) angeschlossen werden. Die letztere besteht gemäß Fig. 3 aus einer mit Kalilauge gefüllten Absorptionspipette zur Bestimmung des Kohlendioxyds und einer Explosionspipette zur Bestimmung von Wasserstoff und Kohlenoxyd, welche mit elektrischer Zuleitung und Glühspirale versehen ist; Stickstoff wird durch Differenz gefunden. Als Absperrflüssigkeit dient Quecksilber. Durch Verlängerung des unten eingeschmolzenen Zuführungsrohrs (vgl. Fig. 4) bis zu etwa  $\frac{1}{3}$  der Gesamthöhe dieser letzteren ist rasches Auffüllen der Pipette mit

frischer Kalilauge möglich, ohne das Quecksilber jedesmal entfernen zu müssen.

Die Erhitzungsvorrichtung (Fig. 1 rechts) besteht für Temperaturen über  $600^{\circ}$  aus einem dickwandigen, blasenfreien Reagenzrohr A aus geschmolzenem Bergkristall mit seitlichem Verbindungsrohr, welches bei C mit Schliff auf das nach oben gebogene und mit Absperrhahn versehene Rohr der Quecksilberpumpe aufgesetzt wird. Das Reagenzrohr ist oben mit einer aufgeschliffenen, wassergekühlten Kappe verschlossen; durch das Übergreifen des Schliffes wird vermieden, daß der das Schmelzgut aufnehmende Magnesia-

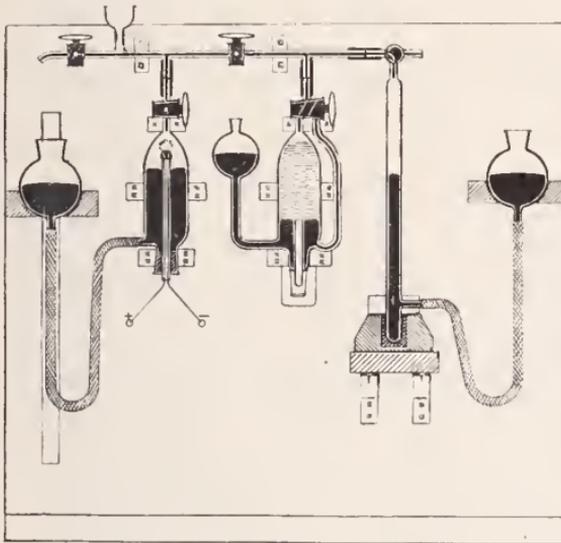


Fig. 3. Gasbestimmungsapparat.

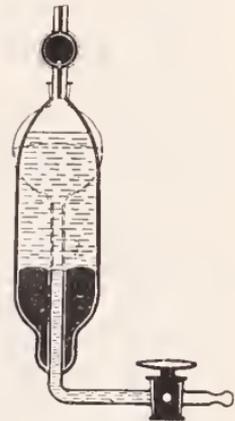


Fig. 4.  
Absorptionspipette.

tiegel mit dem Dichtungsfett des Schliffes in Berührung kommen kann. Falls ein horizontaler Röhrenofen zur Verfügung steht, wird das Erhitzungsrohr besser horizontal angeordnet, da dann die Kühlkappe überflüssig ist.

Bis  $400^{\circ}$  kann das Versuchsmaterial in Röhren von Natronglas, bis  $600^{\circ}$  in Kaliglas erhitzt werden. Bei sehr hohen Temperaturen (über  $1000^{\circ}$  C), oder falls die Substanz geschmolzen werden muß, leisten kleine Magnesiatiegel gute Dienste. Jeder zum erstenmal gebrauchte Magnesiatiegel muß für die gasanalytischen Arbeiten durch Glühen bei Rotglut an der Luft und darauffolgendes Erhitzen auf  $1100^{\circ}$  C im Vakuum entgast werden. Ein solcher einmal entgaster Tiegel bleibt weiterhin völlig gasfrei und kann in der Folge immer wieder verwendet werden.

Um eine chemische Einwirkung zwischen Quarzrohr und Magnesiatiegel zu verhindern, werden beide durch kleine Quarzstückchen

getrennt. Die Erhitzung erfolgt am besten durch einen elektrischen Röhrenofen, wie er in Fig. 1 rechts angedeutet ist. Auf Wunsch wird der Ofen mit der Pumpe an demselben Wandbrett montiert und beweglich auf einer Schiene angebracht, so daß er sowohl in der Höhe wie auch seitlich verstellt werden kann, ähnlich, wie dies bei der von OBERHOFFER (Stahl und Eisen, 1918, 105) beschriebenen Apparatur zur Bestimmung des Sauerstoffs der Fall ist.

### Arbeitsverfahren.

Die Pumpe wird in der bereits früher beschriebenen Weise (dies. Centralbl. 1911, p. 492) in Tätigkeit gesetzt und die Apparatur evakuiert. Das Vorhandensein des für die vorliegenden Zwecke hinreichenden Vakuums ist am Manometer sowie an dem charakteristischen, leisen Klappern des Quecksilbers zu erkennen. Ist die Apparatur luftleer, so entfernt man die im Gefäß E angesammelte Luft in der geschilderten Weise durch Anschließen des in Stellung 1—3 befindlichen Hahnes an eine Zweigleitung der Wasserstrahlpumpe. Dabei ist das Gefäß E bis in den linken Kapillarschenkel des Hahnes H mit Quecksilber zu füllen. Nachdem Hahn H wieder in die in Fig. 1 eingezeichnete Stellung gebracht ist, kann das eigentliche Absaugen der Gase beginnen. Der vorher bereits auf die Versuchstemperatur gebrachte Ofen wird hochgeschoben. Mehrere aufgelegte Asbestplatten dienen dazu, die Strahlung des Ofens nach oben zu vermindern. Zwischen Schmelzrohr und Ofenwand wird ein Thermoelement eingeführt, welches mit einem Galvanometer verbunden ist. Sobald die Gasentwicklung beendet ist, was bei geeigneter Temperatur in einer halben Stunde erzielt wird, senkt man den Ofen, um die Abkühlung zu beschleunigen. Ist dieselbe genügend vorgeschritten, so schließt man den Verbindungshahn des Schmelzgefäßes zur Luftpumpe und stellt die Pumpe in üblicher Weise ab (dies. Centralbl. 1911, p. 492). Erst nachdem das Quecksilber aus dem oberen Sammelgefäß M abgelassen ist, stellt man durch entsprechende Drehung des Hahnes N Atmosphärendruck in der Apparatur her und kann nunmehr das Gas zur Analyse aus dem Gasrezipienten E in die Meßbürette F überführen. Dieses wird an dem rechten Schenkel des in Stellung 2—3 befindlichen Dreiweghahn H angesetzt, und das Verbindungsstück zwischen Bürette und Gassammelgefäß mit Quecksilber aufgefüllt. Man bringt sodann Hahn H in die Stellung 1—2 und saugt durch Senken der Niveaueugel das Gas in die Meßbürette. Das Senken muß langsam und vorsichtig erfolgen, weil sonst das Quecksilber nicht rasch genug nachströmen kann, wobei Luft durch die Fallröhren in das Gasgemisch gesaugt werden würde. Ist das Gas in die Meßbürette übergeführt, und erscheint das Quecksilber in der Kapillarbohrung des Hahnes G, wobei das der Pumpe entzogene Quecksilber durch Nachfüllen bei P und leichtes

Anheben des Schließes ersetzt wird, so schließt man Hahn H und hierauf Hahn G und setzt nunmehr zur Durchführung der Gasanalyse die Meßbürette an den Gasbestimmungsapparat (Fig. 3). Die Analyse erfolgt ähnlich wie im Orsatapparat und kann als bekannt vorausgesetzt werden. Es sei nur erwähnt, daß die in den oberen Teil der Verbrennungspipette eingeführte Platinspirale an einen Lichtanschluß angeschlossen und zwischen diesen und die Spirale ein Wasserwiderstand eingeschaltet wird. Die zum Glühendmachen der Platinspirale erforderliche Stromstärke erzielt man ein für allemal durch Zusatz einiger Tropfen verdünnter Schwefelsäure. Die Gesamtdauer eines Versuches einschließlich der Gasanalyse betrug für Eisen etwa 1 Stunde.

Eine ganze Reihe von Gasbestimmungen im Eisen, aus welchem beim Schmelzen beträchtliche Mengen von Kohlendioxyd, Kohlenoxyd, Wasserstoff und Stickstoff entweichen, sind von E. PIWOWARSKI durchgeführt worden (Stahl und Eisen, 1919, demnächst; Diss. 1919, Breslau). Ihm sind auch folgende orientierende Versuche an einigen Mineralien zu verdanken.

1. Magnetkies der Grube Bergfreiheit, Schmiedeberg, Schlesien: 3,5 g bis 350<sup>0</sup> erhitzt liefern nur Spuren von Gas; erst bei 500<sup>0</sup> tritt starke Gasentwicklung auf. In den 2,15 cm<sup>3</sup> aufgesammelten Gases wurden 9 % Kohlendioxyd und 38 % Wasserstoff festgestellt. Der Rest bestand hauptsächlich aus Schwefelwasserstoff und etwas Schwefeldioxyd. Ein zweiter mit 6 g bei 350<sup>0</sup> durchgeführter Versuch lieferte nur 0,32 cm<sup>3</sup> Gas mit etwa 22 % Kohlendioxyd und 65 % Wasserstoff. Die auffallenden Unterschiede der Zusammensetzung dürften durch die gegenseitige Einwirkung und Umsetzung der Gase bei der höheren Temperatur hervorgerufen sein.
2. 6 g des Nickel führenden Magnetkieses vom Sudbury in Canada ergeben bei 350<sup>0</sup> nur 0,08 cm<sup>3</sup> Gas, so daß auf eine Analyse verzichtet werden mußte.
3. Aus 14 g Kupferkies vom Rammelsberg bei Goslar entwickelten sich bei 350<sup>0</sup> nur 0,15 cm<sup>3</sup> Gas.
4. Manganspat von Freiberg zeigte schon bei 300<sup>0</sup> deutliche Zersetzung unter Entweichen von Kohlendioxyd.

Die Apparatur hat sich bei den erwähnten Versuchen durchaus bewährt. Ob eingehendere Versuche in dieser Richtung interessante Ergebnisse liefern werden und Schlüsse z. B. über die Entstehung der Mineralien gestatten werden, muß der Zukunft überlassen bleiben.

Die Pumpe wird, wie die früheren Modelle, von FR. HUGERSHOFF in Leipzig, Karolinenstr. 13, angefertigt.

Breslau, August 1919.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

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

Jahr/Year: 1919

Band/Volume: [1919](#)

Autor(en)/Author(s): Beutell A., Oberhoffer P.

Artikel/Article: [Automatische Quecksilberluftpumpe für hohes Vakuum mit Auffangvorrichtung für die ausgepumpten Gase. 369-375](#)