

# Zeitschrift für angewandte Chemie

und

## Zentralblatt für technische Chemie.

XXII. Jahrgang.

Heft 8.

19. Februar 1909.

### Über eine neue Form der von Babo-Krafftschen kontinuierlich arbeitenden Quecksilberluftpumpe.

Von Dr. CHRISTIAN HANSEN, Flensburg.

(Eingeg. d. 7./1. 1909.)

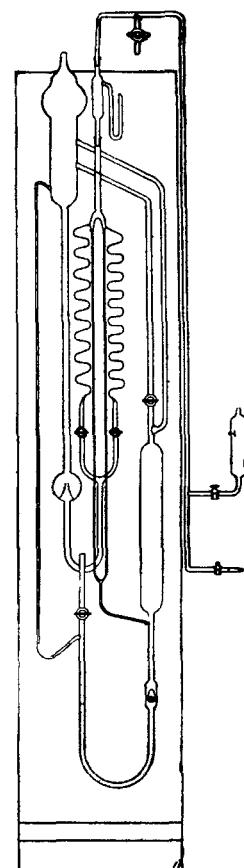
Der längere Gebrauch der v. Babo-Krafftschen<sup>1)</sup> Quecksilberluftpumpe bei Ausführung zahlreicher Vakuumdestillationen im Laboratorium erregte den Wunsch, diesen an und für sich schon recht leistungsfähigen und handlichen Apparat durch einige Abänderungen stärker wirkend zu machen, was sich besonders für physikalisch-chemische Zwecke und bei größeren Apparaturen als sehr wünschenswert erwies. —

Es ist ja freilich in letzter Zeit darauf hingearbeitet worden, sich bei Vakuumdestillationen, also solchen, die unter *nur einigen Hundertstel Millimeter* betragenden Drucken ausgeführt werden, entweder der teuren Öl luftpumpen<sup>2)</sup> oder anderer Verfahren, die auf Kondensation von Gasen durch starke Abkühlung<sup>3)</sup> beruhen, zu bedienen. Der allgemeinen Anwendung aber steht im Wege, daß diese Arbeitsweisen relativ teuer sind und nichts anderes leisten als die von F. Krafft und seinen Mitarbeitern benutzten Hilfsmittel, die sich übrigens dadurch auszeichnen, daß sie zu ihrer Aufstellung nur an eine einigermaßen wirksame Wasserleitung gebunden sind. —

Es wurde nun zunächst versucht, statt einer zwei Fallröhren an der Pumpe anzubringen, eine Aufgabe, deren Lösung der kunstfertigen Hand des Glasbläsermeisters der Firma Desaga, des Herrn E. Greiner, mit Hilfe einiger Glasfedern, die übrigens auf Vorschlag von Herrn F. Damm auch an der gewöhnlichen Krafftschen Pumpe stets angebracht werden, sehr leicht gelang. Dadurch war nun zunächst die Leistungsfähigkeit des Apparates verdoppelt. Es wurden sodann noch dadurch eine Teilung der Quecksilberzuführung zu den Fallröhren nötig, deren jede zur Sicherheit einen Hahn zum Regulieren des Tropfenfalles in den Fallröhren erhielt, sowie wegen des rascher strömenden Quecksilbers ein Luftfang und zur Entlastung der Wasserluftpumpe beim Heben des Quecksilbers ein Rückschlagventil. Der Luftfang, der im absteigenden Zweig der noch nicht getrennten Quecksilberzuführung sich befindet, besteht einfach darin, daß in das zu einer Kugel von ca. 2 cm Durchmesser erweiterte Rohr bis in die Mitte der

selben die untere Fortsetzung des Rohres in Form einer Düse hineinreicht; dadurch können an den Wänden haftende Luftblasen nicht weiter mitgerissen werden, da sie stets an den Wänden der Kugel haften bleiben, während die Düse das abfließende Quecksilber luftfrei aus der Mitte der Kugel entnimmt.

Durch das im unteren U-Rohr eben unterhalb der gemeinsamen Mündung der Fallröhren eingefügte Rückschlagventil wird bewirkt, daß das beim Heben des Quecksilbers so weit unter den Regulierhahn, wie die Länge der gehobenen Säule beträgt, herabsinkende Metall an der Mündung der Heberöhre stehen bleibt; dadurch wird vermieden, daß zu viel unnütze Luft eintritt, und sодer Wasserstrahlpumpe die Arbeit erschwert wird. Da das Quecksilber ja eine ziemliche Oberflächenspannung besitzt, so braucht das Ventil nicht eingeschliffen zu sein und kann auch ohne Gummidichtung, also viel leichter und sicherer arbeiten; es genügt daher schon ein einfacher mit etwas Quecksilber gefüllter Hohlkörper aus Glas, der sich einigermaßen vor die Öffnung der Röhre legt. Sonst hat die Pumpe die Maße der einfachen Pumpe von F. Krafft, nur sind die Röhren wegen des größeren Quecksilberbedarfes etwas weiter gehalten. Die ganze Apparatur wird auf einem schwarzen Holzbrett mit einigen Ligaturen ohne Spannung im Glas befestigt; sie besteht übrigens aus einem Stück und ist dann, wenn sie nicht gerade gewaltsam behandelt wird, fast unzerbrechlich; man kann sie stundenlang im schärfsten Tempo arbeiten lassen, ohne daß man einen Bruch zu erwarten hat. — Die Hähne und Schlitte werden nach bewährtem Rezepte von F. Krafft mit der leicht zu beschaffenden Dichtungsmischung aus Wachs und Lanolin, etwa 1:1 oder bei Sommertemperatur 2:1, gedichtet, die Hähne recht sorgfältig, damit sich die Bohrungen nicht



Selbsttätige v. Babosche Quecksilberluftpumpe.

<sup>1)</sup> Berl. Berichte 29, 2243 (1906).

<sup>2)</sup> Berl. Berichte 35, 2158 (1902).

<sup>3)</sup> Berl. Berichte 36, 3456 (1903); 38, 4149 (1905).

verschmieren; gerät etwas von der Mischung in die Pumpe, so schadet das nichts. — Zur Füllung genügen etwa 70 ccm reines getrocknetes Quecksilber (ca. 950 g). — Über Reinigung und Aufstellung von Quecksilberluftpumpen vergleiche man z. B. im neuen Handbuch von Weyl die Abschnitte über Quecksilberpumpen usw., wo die sämtlichen in Betracht kommenden Methoden zusammengestellt sind. —

Die Pumpe evakuierte z. B. einen ungetrockneten Kolben von ca. 0,9 l Inhalt von 15 mm ab bis zur verschwindenden Ablesbarkeit des Quecksilbermanometers in 10 Min.; nach 12 Min. begann in der angefügten Hittorfröhre grünes Fluoreszenzlicht aufzutreten, bei 30 Min. war das Licht fast verschwunden und nach 45 Min. ging keine elektrische Entladung mehr durch die Röhre. Daß die letzten Luftspuren nur relativ langsam entfernt werden, liegt daran, daß die an den Wänden adsorbierte Luft eine geraume Zeit braucht, um sich völlig abzulösen; für den praktischen Laboratoriumsgebrauch ist das nicht nötig, sondern in diesem Fall hätte man bei ca. 12—15 Min. Pumpdauer mit der Destillation beginnen können, wobei man aber nicht fortwährend die Pumpe zu beaufsichtigen gehabt hätte, sondern ruhig etwas anderes währenddem hätte vornehmen können. — Die Kosten der von der Firma D e s a g a - Heidelberg gelieferten Pumpe belaufen sich mit allem Zubehör auf nicht über 100 M; die Betriebskosten sind die der einfachen Wasserluftpumpe, die zu ihrem Betrieb ausreicht.

## Über seltene und Reinpräparate aus Steinkohlenteer<sup>1)</sup>.

Von Dr. MAX WEGER.

(Eingeg. den 9.1. 1909.)

Die Anzahl der Körper, die in ihrer Gesamtheit jene unerquickliche, schwarze Schmiere, den Steinkohlenteer ausmachen, mag drei- bis vierhundert betragen. Nachgewiesen oder bestimmt zu vermuten sind ca. 150; mit Sicherheit isoliert sind ca. 90. Aber nur vier von den Reinkörpern — ich abstrahiere von Mischungen — werden in größeren Mengen technisch verwertet, nämlich Benzol, Toluol, Naphthalin und Phenol. Alle anderen Bestandteile des Steinkohlenteers kommen als Gemische der Isomeren — z. B. die Xyrole, meist auch die Kresole — oder als Gemische von homologen Kohlenwasserstoffen — z. B. Solventnaphtha, Ergin usw. — oder in unreinem Zustande — z. B. Anthracen (40- bis 80%ig) in den Handel. Die meisten werden aber überhaupt nicht als solche von der Großindustrie verlangt, sondern finden nur in Mengen von wenigen Kilogrammen in der Präparatenindustrie Verwendung oder dienen in noch geringeren Quantitäten lediglich zu wissenschaftlichen Arbeiten.

Diese Zurückhaltung muß in gewissem Sinne Wunder nehmen, und man möchte geneigt sein, von

1) Vortrag, gehalten im Märkischen Bezirksverein am 30./9. 1908.

einem embarras de richesse zu sprechen, besonders wenn man bedenkt, in welch ausgiebiger Weise sonst oft die Einführung einer bloßen Methylgruppe auszunutzen gesucht wird. Die Beschränkung hat aber verschiedene Gründe.

Es ist nämlich vielfach die Annahme verbreitet, der oder jener Körper aus Steinkohlenteer wäre überhaupt nicht in reinem Zustande oder nicht in genügender Menge, oder aber nicht billig genug zu haben. Diese Ansicht ist in den meisten Fällen eine irrtümliche. Denn was zunächst die Menge anlangt, so würde, wenn ein Körper — sagen wir z. B. Acenaphthen oder Fluoren — nur zu 1% oder sogar nur zu 1/4% im Teer vorhanden wäre, dieses eine Viertelprozent bei einer jährlichen Steinkohlenteerproduktion von weit über 600 000 t in Deutschland doch schon 150 Wagenladungen ausmachen. Was die Preise betrifft, so muß man allerdings zugeben, daß zurzeit viele der Präparate, auf die ich noch etwas ausführlicher einzugehen habe, verhältnismäßig teuer sind, und um so teurer erscheinen, als man geneigt ist, den jetzt beispiellos niedrigen Preis des Naphthalins und Benzols zum Vergleich heranzuziehen. Die Sachlage würde aber sofort eine ganz andere werden, sobald es sich um die Herstellung im Großen und besonders um regelmäßige, laufende Herstellung im Großen handeln würde. Es wäre möglich, eine ganze Reihe von Produkten, die jetzt fast nur als wissenschaftliche Präparate Verwendung finden, der Farbstoff- oder Heilmittelindustrie zu einem diskutablen Preis zur Verfügung zu stellen, sobald diese Industrien sich ernsthaft dafür interessierten. Was nun schließlich den Reinheitsgrad anlangt, resp. die Methoden zur Isolierung der „seltneren“ Körper, so ist schon seit vielen Jahren eine große Anzahl von mehrfach durch Patente geschützten Verfahren ausgearbeitet und z. T. versuchsweise in Betrieb genommen worden, welche gestatten, auch die zurzeit weniger bekannten Körper der Technik zugängig zu machen und in genügendem resp. gewünschtem Grade der Reinheit an den Markt zu bringen.

Ich verweise hier besonders auf die Arbeiten von K r ä m e r und S p i l k e r (A. G. für Teer- und Erdöl-Industrie), K. E. S c h u l z e (Chemische Fabrik Lindenhof, C. Weyl & Co.), R a s c h i g , W e i ß g e r b e r u. a. m.

Man kann die aus dem Steinkohlenteer gewinnbaren Bestandteile zunächst in drei große Klassen einteilen: neutrale Körper, die sogen. sauren Öle (d. h. Phenole, Naphthole usw.) und die basischen Substanzen. Auch die Aufarbeitung des Teers basiert zum Teil auf diesen chemischen Unterschieden. Denn bekanntlich werden, nachdem der rohe Teer durch Destillation in seine Hauptfraktionen Leichtöl, Mittelöl, Schweröl, Anthracenöl und Pech getrennt ist, die einzelnen Fraktionen je nach Bedürfnis mit Natronlauge gewaschen, um von den sauren Ölen befreit zu werden, und mit verdünnter Schwefelsäure behandelt, um die Basen abzugeben. Die neutralen Körper bleiben zurück. Diese letzteren sind aber natürlich nicht nur reine Kohlenwasserstoffe, sondern es ist daneben noch eine ganze Reihe sauerstoff-, schwefel- und sitzkstoffhaltiger Produkte vorhanden, die mit jenen nur das eine gemeinsam haben, daß sie weder zu verdünnter Lauge,