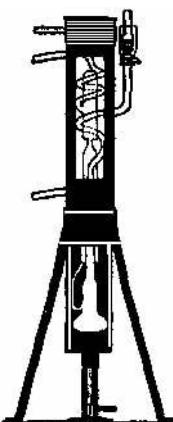


Quecksilberdampfpumpe nach W. Friedrichs.

(Mitteilung a. d. Glastechn. Laboratorium der Firma Greiner & Friedrichs, G. m. b. H.)

Durch die Gaedesche Erfindung der Diffusionspumpe wurde das Interesse stark auf die Verwendbarkeit des Quecksilberdampfes für die Vakuumtechnik gelenkt. Besonders richtete sich das Bestreben darauf, den Bereich zu vergrößern. Die Diffusionspumpe benötigt ein Vakuum von mindestens 0,1 mm, dafür wurden gewöhnlich zwei Vorvakumpumpen gebraucht, z. B. Kapselpumpe und rotierende Quecksilberpumpe. Um insbesondere diesen letzten kostspieligen Apparat ersetzen und, was vor allem für chemische Zwecke sehr wichtig ist, nur mit der Wasserstrahlpumpe vorevakuieren zu können, war der Bereich auf etwa 15 mm zu erhöhen. Dies konnte nur erreicht werden durch eine Vergrößerung der Quecksilberdampfspannung. Im Gefolge kamen nun erhebliche technische Schwierigkeiten:



1. Gefährdung des Kolbens bei stärkerer Wärmefzufuhr.
2. Gefährdung der übrigen Glasteile durch das rascher zurückfließende kondensierte Quecksilber.

3. Herauftrücken der unteren Grenze des erreichbaren Vakuums auf etwa 0,001–0,01 wegen der Schwierigkeit genügender Kühlung.

Die Versuche, die von verschiedenen¹⁾ und auch von uns früher gemacht worden sind, scheiterten entweder an der oberen oder an der unteren Grenze. Erwähnenswert ist Vollmers Konstruktion, die immerhin recht brauchbar erschien und leidliche Resultate gab, mit der für manche Fälle erträglichen Beschränkung von 3. Dagegen ist sie in bezug auf 2 nicht genügend gesichert, da kaltes Quecksilber über heiße Einschmelzungen fließen muß. Eine von der Firma Hanf und Buest in Berlin herausgebrachte Kombination dieses Modells mit der (unwesentlich abgeänderten) Gaedeschen Diffusionspumpe hat den Zweck, die Vakuumbeschränkung zu umgehen. Die daraus entstehende Kompliziertheit und die bei den vielen Einschmelzungen nicht zu vermeiden Spannungen lassen die Konstruktion — nicht unbegründeterweise — als bedenklich kennzeichnen.

Auch die in dem hiesigen Laboratorium früher in Gebrauch gewesene Quecksilberdampfstrahlpumpe eigener Konstruktion zeigte die besprochenen Mängel, und es schien, als ob diese Art nicht geeignet sei, eine größere praktische Bedeutung zu erlangen.

In Anbetracht jedoch der außerordentlichen Vorteile, die dieses Prinzip bieten kann (Unempfindlichkeit gegen Dämpfe von Wasser, Säuren usw., sehr geringe Kosten des Betriebes und der Betriebsmittel: Mikrobrenner²⁾, 20 ccm Quecksilber, Kühlwasser; leichte Reinigung) wurde das Problem in dem glastechnischen Laboratorium der Firma Greiner & Friedrichs, G. m. b. H. einer eingehenden Bearbeitung unterzogen.

Die Aufgabe war, für den Bereich von 15–10⁻⁵ eine möglichst einfache, billige und rasch arbeitende Pumpe zu schaffen.

Es wurde erkannt, daß alle Mängel nicht im Prinzip liegen, sondern nur Folgen konstruktiver Fehler und mangelhafter Dimensionierung sind. Durch die Ringform der inneren Düse (D. R. G. M.) wurde das Verhältnis der durchströmenden Quecksilberdampfmenge zu der kühlenden Oberfläche verringert, und es gelang so, das gleiche Druckminimum zu erreichen wie mit der Diffusionspumpe, soweit Hähne mit Fettabdichtung verwandt werden. Hierbei liegt die Grenze unterhalb 6 · 10⁻⁶ min. Ob bei Anwendung von Quecksilberdichtung und Quecksilberdampfsperren noch höheres Vakuum erzielt werden kann, wurde noch nicht untersucht; jedenfalls ist es sehr wahrscheinlich, da hier die Unlöslichkeit der Hähne von erheblichem Einfluß wird.

Außerordentlicher Wert wurde vor allem auf unbedingte Betriebssicherheit gelegt. Ein Springen des Glases muß sowohl während als nach dem Betrieb so gut wie ausgeschlossen sein. Sämtliche starren Einschmelzungen wurden vermieden und durch Glasfedern ersetzt. Als Material wird nur thermoresistente Glas verwendet.

Durch die sorgfältigste Dimensionierung wurde die Pumpe auch zugänglich für gleichmäßige Prüfungen. Der Unzuverlässigkeit, daß die Vakuumgrenze bisweilen je nach dem Ausfall der Pumpe bis zur Unbrauchbarkeit schwankt, wird dadurch gesteuert, daß nur geprüfte und mit Prüfschein versehene Apparate in den Handel gebracht werden. Als Mindestnorm wurden folgende Werte für mittelgünstige Bedingungen (ca. 4 m Leitung von 10 mm Weite, Hähne 4–5 mm Bohrung) aufgestellt:

In einem Rezipienten von 2 l hat das Vakuum (Vorvakuum und Anfangsvakuum 15–20 mm) nach einer Zeit von

5 10 min einen Wert

von 0,001 0,00001 mm Hg. Unter günstigeren Bedingungen (kurzes Leitungssystem, Hähne mit weiter Bohrung) kann die Zeit noch auf etwa die Hälfte reduziert werden.

Die Pumpen werden als Norm montiert angeboten.

Sie werden hergestellt von den Glaswerken Greiner & Friedrichs, G. m. b. H., Stützerbach, Thür.

[A. 238.]

¹⁾ cf. Vollmer, Ber. d. D. Ch. G. [1919] 52, 804.

²⁾ Elektrische Heizung ist unrentabel. Mit Asbestschutz kann bei Gasheizung die gleiche Sicherheit erreicht werden.

Beiträge zur Gewichtsanalyse XVI¹⁾.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eing. 3/1. 1921.)

XXI. Bestimmung der Salpetersäure.

Das bekannte Verfahren der Salpetersäurebestimmung als Nitronnitrat²⁾ kann dadurch vereinfacht werden, daß man das Abkühlen auf 0° unterlassend, bei Zimmerwärme 24 Stunden stehen läßt³⁾ und das Nitronnitrat, anstatt in einem Platin-Goochtiegel, im Kelchtrichter auf Watte sammelt. Zum Auswaschen ist die vorgeschriebene Menge (10 ccm) Eiswassers ganz ungenügend: man benutzt reichlich zimmerwarmes, mit Nitronnitrat gesättigtes Wasser. Zum Ansäuern eignet sich Essigsäure besser als Schwefelsäure. — Die Bestimmung wird wie folgt vorgenommen:

Die 100 ccm betragende, höchstens 0,05 und mindestens 0,01 g NO₃ enthaltende neutrale Lösung wird, mit 1 ccm Eisessig angeseuert, auf 60–70° erwärmt und mit 10 ccm „10%iger“, vollkommen klarer Nitronazetatlösung versetzt. Man läßt im Dunkeln 24 Stunden bei 15–20° stehen, sammelt den Niederschlag auf einem kleinen Wattebausch im Kelchtrichter und wäscht mit 50 ccm gesättigter Nitronnitratlösung; der letzte Anteil des Waschwassers wird scharf abgesaugt. Getrocknet wird 2–3 Stunden bei 100°.

Zu den Versuchen wurde eine Lösung benutzt, die in 1000 ccm 1,7192 g KNO₃ enthielt. Es gelangten Anteile von 50 und 10 ccm zur Abmessung, die auf 100 ccm verdünnt wurden. Nitronnitrat berechnet: 318,98 und 63,80 mg; gefunden:

318,8 mg	317,5 mg	62,2 mg	62,2 mg
319,7 "	319,2 "	62,7 "	62,1 "
317,9 "	318,8 "	62,5 "	62,9 "
Mittel 318,7 mg			Mittel 62,4 mg.

Wurde von der Kaliumnitratlösung 50 ccm auf 100 ccm verdünnt und 0,2 oder 1,0 g fremdes Salz hinzugefügt, so ergab sich:

In Gegenwart von K ₂ SO ₄ ...	317,4	319,9 mg	Nitronnitrat
" " " KJ ₃ ...	318,9	318,9 "	"
" " " KCl ...	321,2	326,3 "	"

Enthält also die Lösung auch reichlich Schwefelsäure oder Jodsäure, so verursacht dies fast keine Störung. In Gegenwart von Chloriden ist das Ergebnis etwas zu hoch; die Verbesserungswerte sind diese:

Gewicht d. Ngs.	In 100 ccm Cl ⁻			
	0,0 g	0,1 g	0,3 g	0,5 g
0,30 g	+ 0,4 mg	- 2,0 mg	- 4,4 mg	- 6,8 mg
0,20 "	+ 0,8 "	- 1,2 "	- 3,0 "	- 4,8 "
0,10 "	+ 1,2 "	- 0,2 "	- 1,5 "	- 2,8 "
0,05 "	+ 1,4 "	+ 0,2 "	- 0,8 "	- 1,8 "

Zusammenfassung. Das Bestimmungsverfahren der Salpetersäure als Nitronnitrat wurde vereinfacht und verschärft; der durch gegenwärtige Chloride verursachte Fehler wird durch Anbringen entsprechender Verbesserungen ausgeglichen.

Rundschau.

Der Tetralin-Tag. Auf eine Einladung der Tetralin-Gesellschaft, Berlin, versammelte sich am 10. und 11. I. in Dessau eine größere Anzahl von Fachleuten der Lösungsmittel verarbeitenden Industriezweige, sowie der für diese Industrien in Betracht kommenden Verbraucherkreise zu einer Besprechung über die Lage des Lösungsmittelmarktes. Insbesondere sollte hierbei auch die Frage geprüft werden, inwieweit heute durch das Tetralin die Schwierigkeiten als behoben gelten können, die sich infolge der vor dem Kriege ausschließlich aus dem Ausland erfolgten Belieferung mit Lösungsmitteln (Terpentinöl, Benzin) ergeben hatten. — Dr. von Gwinner, Berlin, begrüßte im Namen der Tetralin-Gesellschaft die Gäste und gab interessante Daten über die ungeheure Werte, die der heimischen Volkswirtschaft bisher dadurch erhalten blieben, daß im Tetralin ein Lösungsmittel zur Verfügung gestellt wurde, das in vielen Industriezweigen heute eine

¹⁾ Vgl. Angew. Chem. 30, 31, 32 u. 33, Aufsatzeil.

²⁾ F. P. Treadwell, Analyt. Chemie II, 382 [1917].

³⁾ Die Abscheidung des Nitronnitrats aus seiner Lösung erfolgt nur allmählich: 2–3 Stunden genügen nicht. Ferner löst sich das Nitronnitrat in Wasser viel reichlicher, als gewöhnlich angegeben. Bei 20° C enthalten z. B. 100 ccm Wasser, je nachdem man das Lösungsmittel 24 Stunden bei 20° einwirken läßt, oder aber eine warmgesättigte Lösung auf 20° abkühlt und das gelöst gebliebene Nitronnitrat nach 24 Stunden bestimmt, 37,1 oder 53,1 mg; bei 0° wurden die Zahlen 21,1 und 33,7 mg gefunden. Anders gestalten sich die Verhältnisse, wenn Nitronazetat im Überschuß zugegen ist. Wurden z. B. 100 ccm bei 17,5° gesättigte Nitronnitratlösung mit 10 ccm der Nitronazetatlösung versetzt, so blieben nach 24 Stunden nur mehr 2,0 mg Nitronnitrat in Lösung.

icht geringe Bedeutung gewonnen, und das die Lösungsmittel verarbeitende Industrie frei von willkürlichen Maßnahmen ausländischer Interessentengruppen gemacht habe. Bei einem etwa bevorstehenden Kampf mit dieser Konkurrenz erhoffte er die Unterstützung und Mithilfe der Verbraucherkreise. In einer zustimmenden Erwiderung berichtete der Vorsitzende des Reichsverbandes des deutschen Malergewerbes Kruse über die mit dem Tetralin bisher erzielten Erfahrungen, die es zuließen, das Produkt künftig an Stelle des bisher vielverwendeten Terpentinöls zu verbrauchen. — Im Anschluß hielt Dr. Schrauth, der Direktor des Rodlebener Tetralinwerkes, einen mit Lichtbildern, Anschauungsmaterial und Proben von Fertigfabrikaten gut illustrierten Vortrag über Herstellung, technische Eigenschaften und Verwendungsmöglichkeiten des Tetralins. Er zeigte, wie man bei sachgemäßer Verwendung des Tetralins vorzügliche Fertigfabrikate — Lacke, Firnis, Schuhcremes, Bohnermassen usw. — fabrizieren kann.

Bei einer Wanderung durch die Fabrikanlagen der Gesellschaft hatten die Teilnehmer Gelegenheit, sich von der Organisation und Betriebskontrolle zu überzeugen, die die Einheitlichkeit der Produktion sicherstellen und den Versand einer minderwertigen oder verunreinigten Ware völlig unmöglich machen. Konferenzen im kleineren Kreise gaben den Teilnehmern Gelegenheit, über spezielle Fragen Aufklärung zu erhalten. — Es ist zu hoffen, daß die Tagung dazu beigetragen hat, die Kenntnis des heimischen Lösungsmittels Tetralin in weiteste Kreise zu tragen.

on.

Textile Forschung, Zeitschrift des deutschen Forschungsinstituts für Textilindustrie in Dresden. Das letzte Heft des 2. Jahrganges (1920) veröffentlicht die folgenden Originalarbeiten: Prof. Ernst Müller, Dresden: „Über das Gesetz der Verkürzungen beim Zwingen der Gespinste.“ — Prof. Dr. A. Herzog: „Neuere optische Behelfe der Samenprüfung“; und „Mikroskopische Bilder als Hilfsmittel des Textilmusterzeichners.“ — Prof. Dr. P. Waentig: „Zur Frage der Reinigung von Schweißwollen mit organischen Lösungsmitteln.“ — Prof. Dr. P. Krais: „Die Bestimmung der Dehnung von Einzelfasern.“ ar.

„Vox medica“ Revista mensual de medicina y cirugia mit Sección especial para Farmacología: Unter diesem Titel gibt der Transatlantische Verlag Berlin eine medizinische Fachzeitschrift in spanischer Sprache heraus, die ein Bindeglied zwischen der deutschen medizinischen Wissenschaft und der Ärztewelt spanischer Zunge bilden will. Eine besondere Abteilung, deren Bearbeitung das Institut für Pharmakologie in Freiburg i. Br. Geheimrat Prof. Dr. Straub, übernommen hat, widmet sich den Fragen der Pharmakologie. Die Liste der ständigen Mitarbeiter vereinigt die ersten Namen der deutschen Ärztewelt (Kraus-Berlin, Küttner-Breslau, von Noorden-Frankfurt a. M., Schwalbe-Berlin, von Strümpell-Leipzig, Zuckerkandl-Wien, Flügge-Berlin, Rubner-Berlin, Albu-Berlin, v. Müller-München u. a. m.). Die Schriftleitung liegt bei Dr. J. J. Stutzin, Berlin, der lange Jahre in Chile eine chirurgische Klinik geleitet hat.

on.

Personal- und Hochschulnachrichten.

Ehrungen: In einer Festansprache der Bonner Röntgenvereinigung aus Anlaß der 25jährigen Wiederkehr des Tages, an dem Röntgen zum erstenmal mit der Entdeckung der Röntgenstrahlen an die Öffentlichkeit trat, verkündete der Rektor der Universität die Ernennung Geh. R. Prof. Dr. Röntgens zum akademischen Ehrenbürger. Die Gesellschaft von Freunden und Förderern der Universität ließ durch ihren Vorsitzenden Geh. Reg.-Rat Duisberg-Leverkusen Röntgens Ernennung zum Ehrenmitglied dieser Gesellschaft verkünden. Ebenso ernannte der Niederrheinische Verein für Natur- und Heilkunde Röntgen zum Ehrenmitglied. Wie Geheimrat Duisberg mitteilte, hat die Sammlung der Gesellschaft von Freunden und Förderern der Universität für ein an der Bonner Universität zu errichtendes Institut für Röntgenforschung bisher 458000 M. ergeben; dazu sind vom Kultusministerium für diesen Zweck 350000 M. in Aussicht gestellt worden.

Dem Generaldirektor der Gebr. Körting A.-G., A. Würth, Hannover, wurde von der Technischen Hochschule Hannover in Anerkennung seiner Verdienste um die Entwicklung der Verbrennungskraftmaschinen die Würde eines Dr.-Ing. e. h. verliehen.

Es wurden ernannt: Die a. o. Professoren Dr. P. Danckwirtt f. pharm. Chemie, Dr. Th. Posner f. Chemie u. Dr. A. Sieverts f. physikal. Chemie an der Universität Greifswald u. Dr. Fr. Eisenlohr u. Dr. A. Sonn, an der Universität Königsberg, zu o. Professoren, Dr. E. Schrödinger, a. o. Prof. an der Technischen Hochschule in Stuttgart zum Ordinarius der Physik an der Universität Breslau als Nachfolger von Prof. Cl. Schaefer.

Infolge des neuen Dienstaltergesetzes scheidet der Präsident der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt in Berlin-Charlottenburg, Geheimrat Emil Warburg, o. Honorarprof. an der Berliner Universität, zum 1. 4. aus seinem Amte. Der Gelehrte, der demnächst sein 75. Lebensjahr vollendet, leitet die Reichsanstalt seit 1905 als Nachfolger Kohlrauschs — der Begründer und erste Leiter des Instituts war bekanntlich Helmholtz. Vor 1905 hatte Warburg das Ordinariat für Physik an der Berliner Universität innegehabt.

Bücherbesprechungen.

Elektrochemisches Praktikum von Prof. Dr. Erich Müller, 3. vermehrte u. verbesserte Auflage. XII u. 254 S. Verlag von Theodor Steinkopff, Dresden und Leipzig 1920. Preis geh. M 20,—

In allen Kreisen, die den Wert elektrochemischer Übungen für die theoretische und experimentelle Ausbildung der Chemiker erkannt haben, erfreut sich das vorliegende, schon in 3. Auflage erschienene Praktikumbuch großer Beliebtheit. Wer sich einmal in das wohlgedachte, von pädagogischem Geiste getragene System der hier beschriebenen Übungen vertieft hat, erkennt bald, daß der auch heute noch an manchen Laboratorien geübte Brauch, die Studierenden während ihrer Ausbildung in quantitativer Analyse höchstens einige Elektroanalysen ausführen zu lassen, verfehlt ist. Derartige, meist automatisch durchgeführte Bestimmungen genügen in keiner Weise, die Lehren der neueren Elektrochemie anschaulich zu machen. Ein wirkliches Verständnis kann nur durch ein besonderes Praktikum übermittelt werden, in dem vorerst einmal die grundlegenden Gesetze der Elektrochemie durch geeignete, zu Meßübungen ausgestaltete Versuche gezeigt werden; erst dann sind die Vorbedingungen gegeben, die den Praktikanten instandsetzen, die mannigfaltigen, bei einer Elektroanalyse in Betracht kommenden Momente richtig zu bewerten.

An diese Arbeiten schließt sich zweckmäßig die elektrochemische Herstellung von anorganischen und auch organischen Präparaten an, wodurch auch die Fertigkeit im Bau von Apparaten in sehr wünschenswerter Weise entwickelt wird.

Wo die Einrichtungen zur Abhaltung eines besonderen elektrochemischen Praktikums fehlen, wird es nötig sein, die wichtigsten Übungen teils in das physikalische, teils in das physikalisch-chemische Praktikum, das wenigstens ein Semester lang für jeden Studierenden der Chemie obligatorisch sein sollte, einzugliedern. Hier wird sich das Praktikumbuch von E. Müller als zuverlässiger und anregender Führer durchaus bewähren.

Konr. Schaefer. [BB. 210.]

Zur zeolithischen Wasserbindung von F. Rinne. Abdruck aus den Berichten der mathematisch-physikalischen Klasse der Sächsischen Akademie der Wissenschaften zu Leipzig. 72. Band. Verlag von B. G. Teubner in Leipzig. Preis geh. M 1,— u. 120% T.-Zuschlag.

Die vorliegende Arbeit hat nicht nur für den Mineralogen, sondern auch für den Chemiker ein besonderes Interesse, weil sie eine endgültige Entscheidung über die vielumstrittene Frage nach der Art der Wasserbindung in den Zeolithen herbeiführt hat. Der Ansicht, daß die Zeolithen Salzhydrate, also stoichiometrisch in ihrem Wassergehalt sprunghaft abgestufte Silikate seien, stand die Auffassung gegenüber, daß bei den Zeolithen die Verdampfung und Wiederaufnahme des Wassers stetig erfolge, daß also hier ähnliche Verhältnisse vorliegen, wie etwa bei der Entwässerung von Kolloiden.

Es ist nun von großem Reiz, zu sehen, wie F. Rinne dieses Problem mit den Hilfsmitteln der modernen Kristallforschung in Angriff genommen hat. Gelang es ihm doch durch Aufnahme und Auswertung von Lauespektrogrammen die gegenseitige räumliche Anordnung der Silikat- und der Wasserkomplexe aufzuklären: sowohl die silikatischen wie die Wasserteilchen sind je für sich durch starke Affinitätstensoren miteinander verknüpft, während zwischen beiden Baukomplexen nur eine schwache Kombinationsbindung herrscht. So weist die regelmäßige innere Verknüpfung auf eine chemische Bindung hin, und trotzdem kann eine kontinuierliche Entwässerung vorgenommen werden, ohne daß das Kristallsystem einstürzt.

Wir haben also in den Zeolithen Bindeglieder zwischen zwei physikalisch-chemisch extremen Gruppen, und dieser Nachweis ist geeignet, neues Licht auf das ebenso interessante wie noch ungeklärte Hydratproblem zu werfen.

Dem Verfasser wie dem Verlage Teubner gebührt Dank dafür, daß diese schöne Arbeit, die als Akademiebericht sonst nicht leicht zugänglich wäre, als Sonderabdruck im Buchhandel erhältlich ist.

Konr. Schaefer. [BB. 156.]

Handbuch der analytischen Chemie. Von Alexander Classen II. Teil, Quantitative Analyse. 7., vermehrte Auflage mit 56 Abbildungen. Stuttgart, Verlag von Ferd. Enke, 1920. 580 S.

Preis M 72,—

Der vor kurzem erschienenen 7. Auflage des I. Teils, der qualitativen Analyse, ist nun mehr die 7. u. vermehrte Auflage des II. Teils, der quantitativen Analyse des Classenschen Werkes gefolgt. Was sich vom I. Teil dieses vorzüglichen Lehrbuches sagen ließ (Nr. 59, 33. Jahrg. vom 23./7. 20., S. 277 d. Ztschr.) gilt sinngemäß ebenso für den II. Teil. Auch dieser ist mit vollstem Rechte als Lehrbuch geschätzt und beliebt und bietet dem Lernenden für Bestimmungen aller Art sichere und zuverlässige Wege, da sowohl maßanalytische, wie gewichtsanalytische Methoden berücksichtigt werden. — Zur Vollständigkeit einer Classenschen Quantitativen Analyse fehlt allerdings noch die Aufnahme der elektroanalytischen Bestimmungsmethoden, die uns der Verfasser in seiner quantitativen Analyse durch Elektroylyse darbietet, oder wenigstens Hinweise darauf. Hoffentlich bringt uns die Zukunft noch ein derartiges vollkommenes Sammelwerk aus der Feder des Verfassers!

von Heyendorff. [BB. 246.]