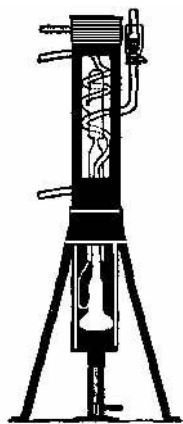


**Quecksilberdampfpumpe nach W. Friedrichs.**

(Mitteilung a. d. Glastechn. Laboratorium der Firma Greiner &amp; 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 Vorvakuum von mindestens 0,1 mm, dafür wurden gewöhnlich zwei Vorpumpen 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 vorevakuiert 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 Wärmezufuhr.
2. Gefährdung der übrigen Glasteile durch das rascher zurückfließende kondensierte Quecksilber.

3. Herausrücken der unteren Grenze des erreichbaren Vakuums auf etwa 0,001–0,01 wegen der Schwierigkeit genügender Kühlung. Die Versuche, die von verschiedenen<sup>1)</sup> 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 vermeidenden 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 Vorzüge, die dieses Prinzip bieten kann (Unempfindlichkeit gegen Dämpfe von Wasser, Säuren usw., sehr geringe Kosten des Betriebes und der Betriebsmittel: Mikrobrenner<sup>2)</sup>, 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  $15 \cdot 10^{-5}$  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 Fettdichtung verwandt werden. Hierbei liegt die Grenze unterhalb  $6 \cdot 10^{-6}$  mm. 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 Undichtigkeit 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 vernieden und durch Glasfedern ersetzt. Als Material wird nur thermoresistentes 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 mittelmäßige 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.]

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

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

**Beiträge zur Gewichtsanalyse XVI').**

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eing. 3/1. 1921.)

**XXI. Bestimmung der Salpetersäure.**

Das bekannte Verfahren der Salpetersäurebestimmung als Nitronnitrat<sup>2)</sup> kann dadurch vereinfacht werden, daß man das Abkühlen auf 0° unterlassend, bei Zimmerwärme 24 Stunden stehen läßt<sup>3)</sup> und das Nitronnitrat, anstatt in einem Platin-Goochtiigel, 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  $\text{NO}_3$  enthaltende neutrale Lösung wird, mit 1 ccm Eisessig angesäuert, 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  $\text{KNO}_3$  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 $\text{K}_2\text{SO}_4$ ...	317,4	und	319,9 mg Nitronnitrat
„ „ „ $\text{KJO}_3$ ...	318,9	„	318,9 „
„ „ „ $\text{KCl}$ ...	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 $\text{Cl}^-$			
	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. [A. 4.]

**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 ungeheuren Werte, die der heimischen Volkswirtschaft bisher dadurch erhalten blieben, daß im Tetralin ein Lösungsmittel zur Verfügung gestellt wurde, das in vielen Industriezweigen heute eine

<sup>1)</sup> Vgl. Angew. Chem. 30, 31, 32 u. 33, Aufsatzteil.

<sup>2)</sup> F. P. Treadwell, Analyt. Chemie II, 382 [1917].

<sup>3)</sup> 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.