

Außerdem haben wir das Carbonyleisen der I. G. und das Hilger-Eisen⁶⁾ untersucht; die Ergebnisse sind folgende:

Bestimmung des Ni.

Carbonyl- eisen	1. Analyse	0,044% Ni in Fe	Hilger- Eisen	1. Analyse	0,0513% Ni in Fe
	2. Analyse	0,050% Ni in Fe		2. Analyse	0,048% Ni in Fe
	3. Analyse	0,043% Ni in Fe		3. Analyse	0,056% Ni in Fe
	Mittelwert	0,046		Mittelwert	0,051

Bestimmung des Al

Carbonyleisen	0,0021% Al in Fe	Hilger-Eisen	0,0012% Al in Fe
---------------	------------------	--------------	------------------

⁶⁾ Hilger Spectroscopically Standardised Substances von Adam Hilger (London), Catalogue No. F 138, Lab. No. 7192.

Bestimmung des Cu⁷⁾

National- Physical- Laboratory- Eisen	1. Analyse	0,0014% Cu in Fe	Carbonyl- eisen	1. Analyse	0,0005% Cu in Fe
	2. Analyse	0,0019% Cu in Fe		2. Analyse	0,0008% Cu in Fe
	3. Analyse	0,0018% Cu in Fe		3. Analyse	0,0007% Cu in Fe
	Mittelwert	0,0017		Mittelwert	0,00067

Bestimmung des Mo

Carbonyl-Eisen	0,0044% Mo in Fe	National-Physical-Laboratory-Eisen	0,0006% Mo in Fe
Hilger-Eisen	0,0012% Mo in Fe		

Zum Schlusse möchte ich Herrn Prof. Dr. G. Scheibe, von dem ich im Physikalisch-Chemischen Institut der Technischen Hochschule München die Anregung zu dieser Arbeit bekommen habe, meinen wärmsten Dank dafür aussprechen. [A. 114.]

⁷⁾ Den Cu-Gehalt des Hilger-Eisens haben wir weggelassen, weil er so groß ist, daß seine Bestimmung schon durch den Funken gemacht werden kann.

Über eine neuere Anordnung zur Untersuchung von Fluoreszenzmaterialien für Elektronenstrahlröhren

Von MANFRED VON ARDENNE, Berlin-Lichterfelde

Eingeg. 12. Oktober 1937

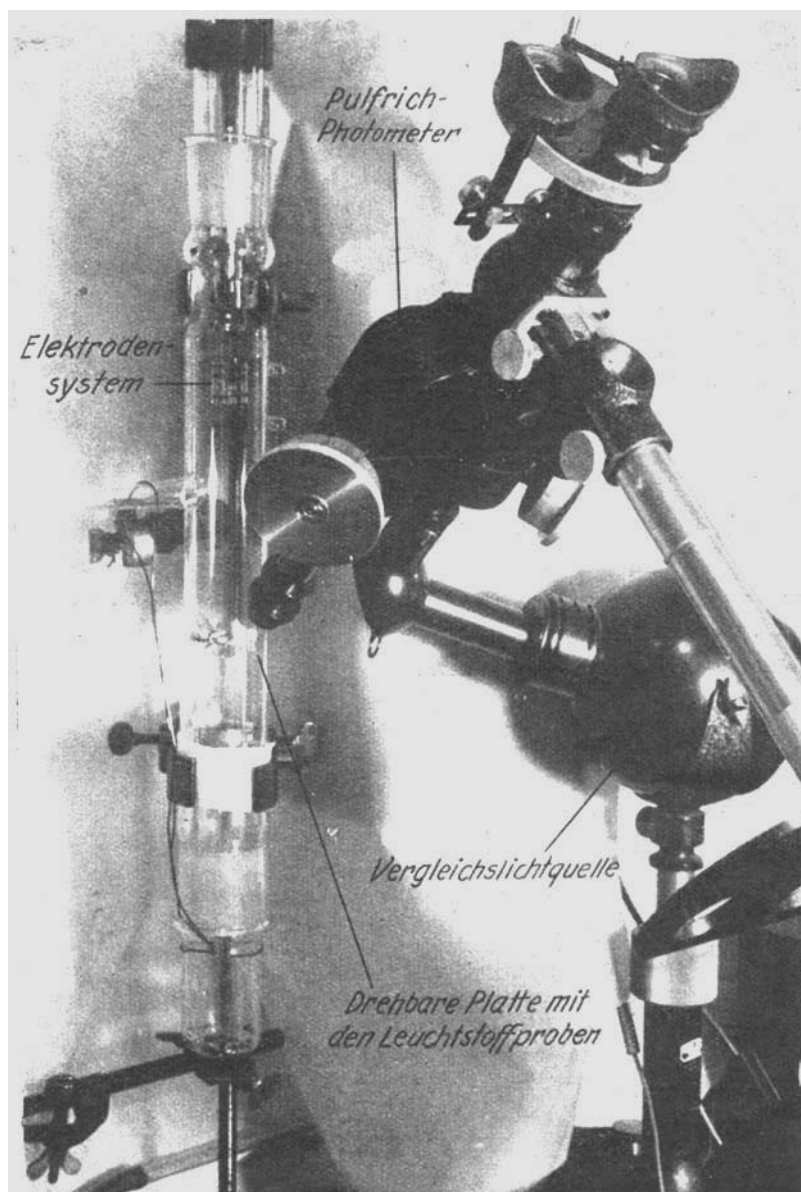
Vor mehreren Jahren berichtete¹⁾ der Verfasser in dieser Zeitschrift über die Gesichtspunkte, nach denen Fluoreszenzmaterialien für Fernsehempfängerröhren zu beurteilen sind, sowie über eine Apparatur zur Untersuchung der Leuchtstoffe. In der Zwischenzeit wurde diese Apparatur sehr stark verbessert und für die Durchführung genauer quantitativer Untersuchungen eingerichtet, so daß eine kurze Beschreibung der modernen Anordnung gerechtfertigt erscheint.

Das Entladungsrohr und die Photometer-einrichtung zeigt die Abbildung. Mit Hilfe des oberen Schließes wird das Strahlerzeugungssystem in den Vakuumraum eingebracht. Dieses System besteht zunächst aus einer indirekt geheizten flachen Oxydkathode, deren Nickellkörper vor jeder Meßreihe nach einem der bekannten Verfahren mit einer emissionsfähigen Schicht zu überziehen ist. Durch eine Schraubenanordnung ist der Nickellkörper auswechselbar gehalten. Vor der flachen Stirnfläche der Kathode ist in einem Abstände von etwa 0,4 mm die Kappe des Wehnelt-Zylinders mit einer Bohrung von etwa 0,8 mm angeordnet; dann folgt in einem Abstand von 3 mm die Anodenkappe, die genau gegenüber der Wehnelt-Zylinderbohrung ein Loch von ebenfalls 0,8 mm aufweist. Im Interesse guter Spannungssicherheit sind alle Kanten von Anode und Wehnelt-Zylinder abgerundet. An die Anode wird über einen Sicherheitswiderstand von etwa $5 \cdot 10^{-5} \Omega$ und über ein Strommeßinstrument eine Anodenspannung der Größe 4000 V angelegt. Der Strommesser (Meßbereich 100 μA) dient dazu, die Konstanz der Elektronenerregung während der Durchführung einer Meßreihe zu kontrollieren. Gute Konstanz ist gewährleistet, wenn die Kathode etwa eine Stunde vor Beginn der Meßreihe angeheizt und formiert wird.

Das Strahlerzeugungssystem liefert ein Elektronenbündel, dessen Divergenzwinkel je nach der Größe der negativen Vorspannung der Wehnelt-Zylinder-Elektrode (maximaler Wert etwa minus 100 V) zwischen etwa 2° und 6° zugleich mit dem Gesamtstrahlstrom gesteuert werden kann. Der besondere Vorteil dieser einfachen, der Fernsehröhrentechnik entnommenen Elektrodenanordnung ist die außerordentliche Gleichmäßigkeit der Elektronendichte in den mittleren Zonen des Elektronenbündels. Erst diese Gleichmäßigkeit sichert eine

hohe Meßgenauigkeit in Verbindung mit dem weiter unten erwähnten Photometer.

Gegenüber dem Strahlerzeugungssystem befindet sich in einem Abstand von etwa 20 cm kreisförmig nahe dem Rande einer Trägerscheibe eine größere Anzahl Näpfchen (in dem Beispiel 9), in die unter Aufrechterhaltung größter Reinlichkeit die zu untersuchenden Leuchtstoffe eingefüllt werden. Das Strahlerzeugungssystem ist im Entladungsrohr so geneigt



¹⁾ M. v. Ardenne, Über eine Apparatur zur Untersuchung von Fluoreszenzmaterialien, insbesondere für Fernsehempfänger, diese Zts. Nr. 47, 483 [1934].

angeordnet, daß die Mitte des von ihm ausgehenden Elektronenbündels genau mit der Kreisbahn der Nöpfchen zusammenfällt. Um eine bequeme Nachjustierung zu erleichtern, besteht die Anodenelektrode aus Nickel und kann daher von außen nachträglich permanent in dem jeweils erforderlichen Sinne magnetisiert werden. Die Auftreffstelle der Mitte des Elektronenbündels, die mit dem Ort des Prüfnöpfchens zusammenfällt, bildet zugleich die Meßzone eines in der Abbildung sichtbaren, etwa unter 45° geneigten *Pulfrich*-Photometers. Durch Drehung des unteren Schliffes von außen werden nun die verschiedenen Prüfnöpfchen nacheinander im Vakuum an dem Schnittpunkt der Achse des Elektronenbündels und der optischen Achse des *Pulfrich*-Photometers vorbeigeführt. Auf diese Weise können im Zeitraum von wenigen Minuten zahlreiche Substanzen mit einer Genauigkeit untereinander verglichen werden, die fast ausschließlich durch die Meßgenauigkeit des Photometers selbst begrenzt ist.

Selbstverständlich kann es bei der Untersuchung von Temperatureinflüssen, Bindemiteleinflüssen, bei der Bestimmung des Wirkungsgrades in Durchsicht usw. notwendig werden, an Stelle der mit Substanz gefüllten Nöpfchen entsprechend präparierte Schirmchen einzu-

bringen und den optischen Teil der Anordnung sinn- gemäß umzugestalten.

Für weiter gehende Untersuchungen genügt es nicht, den Wirkungsgrad absolut nach vorheriger elektrischer Bestimmung der spezifischen Erregung oder durch Vergleich mit einer geeichten Substanz zu messen, vielmehr wird dann die Aufnahme der spektralen Intensitätsverteilung notwendig, die das genannte Photometer mit hinreichender Genauigkeit gestattet. Lästig ist hierbei, daß die Vergleichslichtquelle, die bisher in der Regel durch einen Temperaturstrahler gebildet wurde, dann die bekannte Abhängigkeit der Strahlungsintensität von der Lichtwellenlänge besitzt. D.h. es muß bei der Auswertung der erhaltenen Meßwerte eine Umrechnung entsprechend der Intensitätsverteilung der Vergleichslichtquelle vorgenommen werden. Diese Umrechnung wird vermieden, wenn an Stelle des geeichten Temperaturstrahlers jene neue Lichtquelle benutzt wird, über die der Verfasser²⁾ kürzlich berichtet hat und deren Intensitätshalbwerte an den Grenzen des Sichtbereichs bei 680 m μ und 430 m μ liegen. [A. 113.]

²⁾ M. v. Ardenne, Ein neuer Weg zur Herstellung von Lichtquellen mit gleichbleibender Energie im Bereich sichtbarer Wellenlängen, Z. Physik 107, 412 [1937].

Qualitative Bestimmung von Nitrat neben Nitrit

Von Dr. HANS SCHNEIDER, Chem. Lab. der Höheren Technischen Staatslehranstalt Essen

Eingeg. 8. Juni 1937

Für diese Bestimmung, die bisher zeitraubend und etwas unsicher war, wurde hier eine Arbeitsweise gefunden, die sich im Praktikum gut bewährt hat und in wenigen Minuten auszuführen ist. Sie beruht darauf, daß in kalter konz. H_2SO_4 nur NO_3' Nitrobenzol bildet, nicht aber NO_2' . Andererseits färbt NO_2' die Säuremischung nach Zusatz von Benzol sofort stark orange, während NO_3' und Br' nur eine schwache und hellere Verfärbung der Säure hervorrufen.

Ausführung der Probe: Eine Messerspitze der Substanz oder des trockengekämpften Sodaauszugs in einem Reagensglas mit 1 cm³ konz. H_2SO_4 übergießen, kühlen, dazu 1 cm³ Benzol geben und schütteln. Einige Tropfen des Benzols in Filtrierpapier aufsaugen und den Überschuß des Benzols abdunsten lassen. Geruch nach Nitrobenzol zeigt NO_3' an, während Orangebraunfärbung auf NO_2' hinweist. Ferner gibt NO_2' im Gegensatz zu NO_3' mit der Säure eine starke Wärmeentwicklung.

Empfindlichkeit: 1 mg KNO_3 allein oder in Mischung mit 0,1–0,2 g KNO_2 gibt noch deutlichen Geruch nach Nitrobenzol; die angegebene Menge KNO_2 allein gibt den Geruch nicht. Jodide in größeren Mengen stören die Reaktion empfindlich und müssen u. U. durch Ag- oder Pb-Acetat entfernt werden. Br' , Cl' , As_2O_3 , Acetate und Oxalate stören nicht.

Dauer der Bestimmung etwa 3 min.

		Benzol	
H_2SO_4	farblos:	kein Geruch	Geruch n. Nitrobenzol
		kein NO_2'	NO_3' allein
		kein NO_3'	
H_2SO_4	sofort orangebraun:	NO_2' allein	NO_2' und NO_3'

Benutzte Chemikalien: Benzol, rein, kristallisierbar, KNO_2 und KNO_3 p. a. von Merck, H_2SO_4 chem. rein, konz. [A. 111.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Tagung der Mittel- und Ostdeutschen Chemiedozenten (29.–31. Oktober 1937 in Leipzig)

W. Hückel, Breslau: „Konfiguration und Reaktionsfähigkeit alicyclischer Verbindungen.“

Bisher erfolgte die Zuordnung alicyclischer Alkohole zu einer bestimmten Konfiguration entweder nach ihren Bildungsbedingungen und physikalischen Eigenschaften (*Skita*, v. *Auwers*) oder nach dem Prinzip der sterischen Hinderung (*Vavon*). Beide Prinzipien führten bisher nicht zu Widersprüchen miteinander, wenn sie auf Verbindungen mit Nachbarstellung der Substituenten angewandt wurden. Der bei katalytischer Hydrierung in saurer Lösung vorzugsweise entstehende Alkohol reagierte immer mit geringerer Geschwindigkeit als die stereoisomere Verbindung; ihm kommt danach (nach *Skita* wie *Vavon*) die cis-Konfiguration zu. Neuerdings sind aber mehrere Beispiele dafür aufgefunden worden, daß die einfache Parallelität: Bildung durch katalytische Hydrierung — geringere Reaktionsgeschwindigkeit nicht besteht, nämlich bei

den Isomerenpaaren cis- α -Dekalol, 4-Oxy-cis-hydrindan, α -Hydrindanol, wenn man die Verseifungsgeschwindigkeiten der sauren Succinate und Phthalate nach *Vavon* vergleicht. Dagegen geht bisher stets parallel mit der Bildung durch katalytische Hydrierung in saurer Lösung eine große Zersetzlichkeit der p-Toluolsulfonsäure-ester. Es erscheint möglich, durch Modellbetrachtungen die Widersprüche bei den Alkoholen zu beheben, welche die Hydroxylgruppe im Sechsring enthalten, weil der Sechsring eine gewisse Beweglichkeit besitzt; bei den α -Hydrindanolen mit der Hydroxylgruppe im 5-Ring dagegen bleibt das reaktionskinetische Verhalten ihrer Succinate und Phthalate noch ein Rätsel.

Aussprache: Wienhaus, Tharandt: Diese Untersuchungen haben auch Bedeutung für die Aufklärung von Naturstoffen und technischen Erzeugnissen (Borneolen, Mentholen usw.). Man glaubte früher, aus der mehr oder minder großen Leichtigkeit der Wasser-