

## Siliconöl als Manometerflüssigkeit

Von G. KÄMPF und H. W. KOHLSCHÜTTER

Aus dem Eduard-Zintl-Institut für anorgan. und physikal. Chemie der Technischen Hochschule Darmstadt

Bei der Entwicklung einer Apparatur zur Bestimmung von Wasserdampf-Isothermen an anorganischen Stoffen mußte die Manometerflüssigkeit folgenden Anforderungen genügen: Kleiner Dampfdruck ( $P_{20^\circ\text{C}} < 10^{-5}$  Torr), geringe Dichte (hohe Meßempfindlichkeit), niedrige Viscosität (günstige Nachlaufeigenschaften), hoher Flammepunkt (ohne Zersetzung austreibbar), hydrophobes Verhalten (geringste Aufnahmefähigkeit für Wasser). Keenan, Mooney und Wood<sup>1</sup>) zeigten, daß sonst gebräuchliche Öle (Vakuum-Pumpen-Öl, weißes Paraffinöl, Amoil S) erhebliche Meßfehler durch ihre Wasseraufnahme verursachen, die nur durch Zuschalten von Ballastkolben in erträglichen Grenzen gehalten werden können. Alle eingangs geforderten Eigenschaften besitzen Siliconöle<sup>2</sup>.

Als Beispiel wurde ein Handelspräparat von Siliconöl untersucht<sup>3</sup>). Bestimmt wurden: Dichte und Viscosität als Funktion der Temperatur, Oberflächenspannung näherungsweise nach der Methode des max. Blasendruckes, Flammepunkt im „geschlossenen Tiegel“, Dielektrizitätskonstante bei einer Frequenz von 5,78 MHz.

Ergebnisse: Dichte:  $\rho_{20^\circ} = 0,955 \text{ g/cm}^3$ . — Für die Temperaturabhängigkeit ergibt sich:  $\rho = 0,975 \cdot (1 - 0,98 \cdot 10^{-3} \cdot t)$ ,  $t$  = Temperatur ( $^\circ\text{C}$ ). — Viscosität:  $\eta_{20^\circ} = 25,4 \text{ cP}$ ; entspr. kin. Zähigkeit  $\nu = 26,5 \text{ cSt}$ . — Oberflächenspannung  $\sigma_{20^\circ} = 20,3 \pm 0,5$

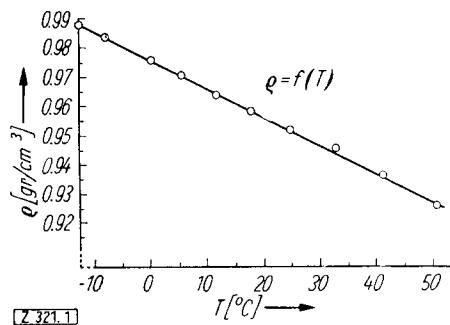


Bild 1

Dichte des Siliconöles als Funktion der Temperatur

- 1) A. G. Keenan, R. W. Mooney u. L. A. Wood, J. physic. coll. Chem. 55, 1462 [1941].
- 2) H. W. Kohlschütt: „Über die Chemie der Silicone“, Fortschr. chem. Forsch. 1, [1949]. E. G. Rochow: „Einführung in die Chemie der Silicone“, Verlag Chemie, Informationsblatt „Silikone“ der Th. Goldschmidt A.G., Essen. R. Roy McGregor: „Silicones“, McGraw-Hill Book Company, New York 1954.
- 3) Siliconöl „20“ der Th. Goldschmidt A.G., Essen.

(dyn/cm). — Flammepunkt im „geschlossenen Tiegel“ 190 °C. — Dielektrizitätskonstante  $\epsilon_{20^\circ} = 2,59$  (Frequenz = 5,78 MHz).

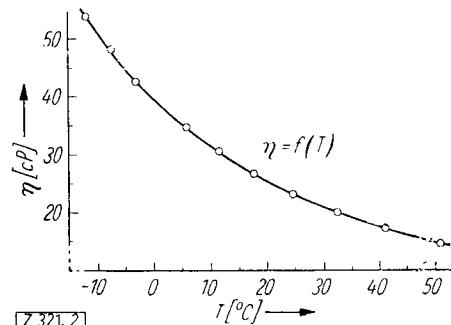


Bild 2  
Viscosität des Siliconöles als Funktion der Temperatur

Das untersuchte Siliconöl hat sich als Manometerflüssigkeit sehr gut bewährt. Es gestattet eine schnelle und genaue Druckbestimmung über eine parallakenfreie Ablesevorrichtung. Gearbeitet wurde mit einem Manometer von 12 mm lichter Weite. Die Menisken in beiden Schenkeln waren schwach konkav. Der Nullwert für die Wasseraufnahme der gesamten (leeren) Glasapparatur wurde durch das Manometeröl nicht meßbar vergrößert. Zwischen den Meßreihen konnte das Öl zur Entgasung im Hochvakuum ausgeheizt werden.

Da die Daten des untersuchten Siliconöles (Konstitution, mittl. Molekulargewicht, Endgruppen usw.) nicht berücksichtigt wurden, haben die angegebenen physikalischen Daten nur für den Einzelfall Bedeutung; sie erleichtern jedoch die Kritik bei der Auswahl geeigneter Manometerflüssigkeiten.

Eingegangen am 20. April 1956 [Z 321]

## Raschig-Ringe aus Aluminium als Reduktionsmittel

Von Prof. Dr. G. SIEWERT

Pharmazeutisches Institut der Universität Leipzig

Einfacher als die von A. Wolf in dieser Zeitschrift 68, 152 [1956] beschriebenen Raschig-Ringe lassen sich für den genannten Zweck Spiralen aus Aluminium-Draht, oder Drahringe, die man durch Zerschneiden der Spiralen erhält (nach Art der Fenske-Ringe) herstellen. Die Spiralen werden aus Aluminium-Draht passender Stärke auf einen Eisenstab auf der Drehbank gewickelt. Solche Ringe wurden mit Erfolg zu Reduktionen in einer Säulenanzordnung nach Art des Cadmium-Reduktors verwendet.

Eingegangen am 13. April 1956 [Z 322]

## Versammlungsberichte

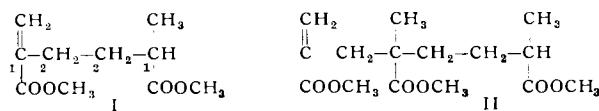
### GDCh-Ortsverband Freiburg-Südbaden

am 28. März 1956

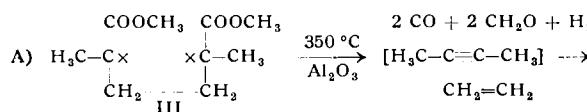
Die zur Festsitzung anlässlich des 75. Geburtstages von Prof. Staudinger in Freiburg angekündigte Vorträge von Prof. Dr. Schwarz, Aachen und Prof. Wittig werden in dieser Zeitschrift erscheinen. Der Vortrag von Dir. Dr. E. Trommsdorff, Darmstadt, wird hier ausführlich referiert.

E. TROMMSDOFF, Darmstadt: Zur Konstitution des polymeren Methacrylsäuremethylesters (gemeinsam mit Th. Völker, Darmstadt).

Beim Erhitzen von Methacrylsäuremethylester unter Druck auf ca. 250–350 °C entstehen je nach Reaktionsbedingungen Dimeres, Trimeres und höhere Oligomere. Das Dimere (I) und das Trimere (II) haben endständige Doppelbindungen:



Das IR-Spektrum zeigt eine Bande bei 10,22  $\mu$ , ebenso wie der monomere Methacrylester. Für Vinyliden-Verbindungen ist eine  $\gamma$ -Schwingungsbande bei 10,62  $\mu$  charakteristisch. Die Verschiebung nach kürzeren Wellenlängen tritt ein, wenn die  $\text{CH}_2$ -Gruppe



III

H<sub>3</sub>C—  
|  
CH<sub>3</sub>—  
|  
CH<sub>3</sub>—  
|  
CH<sub>3</sub>

eine positive Überschlußladung aufweist und HCl entgegen der Regel von Markownikoff addiert wird, wie aus einem großen Versuchsmaterial von F. Wenzel gezeigt wird. Das thermische Dimere mit der anomalen Anordnung 1221 entsteht über ein Biradikal III, das durch Disproportionierung I liefert, eine Reaktion, die in gleicher Weise beim Zusammenstoß zweier Makroradikale des polymerisierenden Methacrylsäuremethylesters eintritt, der überwiegend Kettenabbruch durch Disproportionierung zeigt. Methacrylnitril bildet bei der thermischen Dimerisierung, wie bei einem Biradikalmechanismus zu erwarten, Cyclobutan-Ringe. Für