

562 m μ ; den gleichen Verlauf der Extinktionskurve hat das Umsetzungsprodukt von Phloroglucin-trimethyläther mit p-Methoxyzimtaldehyd in Methanol-HCl (II; n = 1).

Den desvinylgen Monomethin-Farbstoff (I; n = 0) haben wir aus 2.4.6-Trimethoxy-benzaldehyd und Phloroglucin-trimethyläther als beständige Substanz, den vinylgen Pentamethininfarbstoff (I; n = 2) entspr. aus Glutaconaldehyd in Acetanhydrid-HCl als unbeständige blaue Farblösung erhalten.

Alle Verbindungen besitzen Indikatoreigenschaften. Die Absorptionsmaxima liegen zwischen den Analoga mit unsubstituiertem Grundkörper (III)²⁾ und den durch p-Dimethylamino-Gruppen begrenzten Polymethinen (IV)³⁾:

	n = 0	n = 1	n = 2
III	420 m μ	485	555
I	518	562	648
IV	610	692	790

Eingegangen am 13. Juni 1961 [Z 100]

¹⁾ G. Zinner, Vorträge in Marburg, 7. 3. 1960 und Kiel, 8. 12. 1960. — ²⁾ K. Hafner u. H. Pelster, Angew. Chem. 73, 342 [1961]. — ³⁾ R. Wizinger, Chimia 15, 89 [1961].

Uranate der 1. und 2. Nebengruppe

Von Dr. F. WEIGEL und cand. chem. S. NEUFELDT¹⁾

Transuran-Abteilung des Instituts für Anorganische Chemie der Universität München

Die Uranate von Cu²⁺, Zn²⁺, Cd²⁺ und Hg²⁺ wurden dargestellt durch Auflösen der stöchiometrischen Mengen der Metalloxyde und von U₃O₈ in konz. Salpetersäure, Eindunsten dieser Nitrat-Lösungen und Erhitzen der trockenen Nitratgemische. Dabei wurde zur Darstellung von CuUO₄ (kaffeebraun), ZnUO₄ (zinnoberrötlich) und CdUO₄ (ockerfarben) das Nitratgemisch 6 h auf 600 °C, beim HgUO₄ (kadmiorange) das Nitrat-Gemisch im Verlauf von 2,5 h auf 300 °C, 350 °C und am Ende kurz auf 400 °C erhitzt. Zur Darstellung von Silberuranat wurde ein stöchiometrisches Gemenge von Ag₂O und UO₃ 15 h auf 240 °C erhitzt und dabei zwischendurch mehrmals in einer Reibschale verrieben; Ag₂UO₄ ist umbrabraun.

Die Bildung der Uranate wurde durch Röntgen-Beugungsaufnahmen und Analysen belegt.

Eingegangen am 29. Mai 1961 [Z 99]

¹⁾ Diplom-Arbeit S. Neufeldt, München 1961.

Versammlungsberichte

Physikalische Gesellschaft Hessen-Mittelrhein-Saar

21. bis 22. April 1961 in Bad Nauheim

Aus den Vorträgen:

J. FRANZEN und H. HINTENBERGER, Mainz: Massenspektroskopische Untersuchungen über die Bildung vielatomiger Molekül-Ionen der Elemente Be, Mg, Al, Ti, Fe und Cu im Hochfrequenzfunken.

Untersuchungen von Dörnenburg und Hintenberger¹⁾ über die Häufigkeitsverteilung von Molekülionen C_n⁺ im Hochfrequenzfunken zwischen Graphitelektroden, bei denen Kohlenstoff-Molekülonen bis C₂₈⁺ gefunden wurden, hatten eine charakteristische Häufigkeitsverteilung ergeben, über deren Deutung auf Grund quantenmechanischer Berechnungen von Pitzer und Clement²⁾ demnächst berichtet werden wird³⁾. Durch diese Arbeit angeregt, wurden auch andere Elemente untersucht, wobei im Hochfrequenzfunken vielatomige Molekülionen bis Be₂⁺, Al₄⁺, Fe₈⁺, Mg₇⁺, Cu₇⁺ und Ti₇⁺ gefunden wurden.

Der Hochfrequenzfunken brannte zwischen Elektroden aus den betreffenden Metallen im Vakuum. Die entstehenden Ionen wurden in einem Matlauch-Herzogschen Massenspektrographen auf Ilford-Q-Platten nachgewiesen. Die Häufigkeiten der einzelnen vielatomigen Molekülionen wurden aus den Schwärzungen der Photoplatte ermittelt.

Die Häufigkeit der Molekülionen Fe_n⁺, Cu_n⁺, Mg_n⁺ und Ti_n⁺ nimmt mit wachsender Atomzahl n rasch monoton ab, wobei zwischen den einatomigen Ionen und den gerade noch meßbaren Fe₈⁺, Cu₇⁺, Mg₇⁺ und Ti₇⁺ ein Häufigkeitsunterschied von 5 bis 6 Zehnerpotenzen besteht. Die Häufigkeitsverteilung des Aluminiums, das Molekülionen bis Al₄⁺ aufwies, wurde bis Al₇⁺ genau vermessen. Dabei hebt sich Al₇⁺ durch erhöhte Häufigkeit aus der sonst monoton fallenden Kurve heraus. Die Häufigkeit der Beryllium-Molekülionen Be_n⁺ nimmt mit wachsendem n verhältnismäßig wenig ab; so besteht zwischen Be₂⁺ und Be₈⁺ nur ein Unterschied von knapp 3 Zehnerpotenzen. Wie schon festgestellt wurde⁴⁾, neigt auch BeO im Dampf zur Bildung von Polymeren (BeO)_n. Da in der benutzten Be-Probe 1,05 % BeO enthalten war, konnten auch (BeO)_n⁺-Ionen bis (BeO)₈⁺ nachgewiesen werden. Es traten ferner sämtliche Komplexe Be_mO_n⁺ mit m < n auf, wobei jeweils Komplexe der Form Be_mO_{n-1}⁺ besonders häufig waren.

S. GARBE, Aachen: Zur Gasabgabe von Gläsern.

Zur kontinuierlichen Messung von Menge und Art der beim Ausheizen von Gläsern freigesetzten Gase wurden ein Membranmanometer und ein Omegatron als Partialdruckmesser verwendet. Die Adsorption des aus Gläsern freigesetzten Wassers an den Ober-

flächen des Meßsystems wurde durch Heizen des Meßsystems auf 200 °C weitgehend herabgesetzt. Die Analyse der Gasabgabekurven in Abhängigkeit von der Entgasungszeit ermöglichte eine Trennung von Oberflächen-, Randschicht- und Volumengasabgabe.

Von der Oberfläche der Gläser desorbieren außer H₂O und CO₂ noch CO, N₂, H₂, A, CH₄ und höhere Kohlenwasserstoffe. Verwitterte Gläser zeigen eine erhöhte Gasabgabe von H₂O und CO₂ aus einer dünnen Randzone.

Die Gasabgabe von H₂O und CO₂ aus dem Inneren der Gläser wird durch einen Diffusionsprozeß bestimmt, während für alle anderen Gase die Diffusionsrate kleiner als 1 % der Diffusionsrate von H₂O ist. Dabei ist die Aktivierungsenergie für die H₂O-Abgabe größer als für die CO₂-Abgabe. Bei Temperaturen über 300 °C überwiegt daher die H₂O-Abgabe.

Bei ausgeheizten Gläsern ist bei Zimmertemperatur außer der Desorption von adsorbierten Gasen (H₂O, CO₂) die Durchlässigkeit für atmosphärisches Helium bestimmend für die Gasabgabe. Die gemessenen Helium-Durchlässigkeiten zeigen eine starke Abhängigkeit vom Gehalt der Gläser an glasbildenden Oxyden (SiO₂ + B₂O₃ + P₂O₅). Die Aluminiumsilicat-Gläser haben wegen der Stellung des Aluminiums als Füllstoff im Glasnetzwerk eine besonders niedrige Helium-Durchlässigkeit, zeichnen sich aber auch durch besonders niedrige Diffusionskoeffizienten für H₂O und CO₂ aus.

G. KIENEL, Hanau/M.: Erfahrungen beim Bau von Ultrahochvakuumanlagen.

Da bei Ultrahochvakuum-Apparaturen eine gründliche Entgasung bei mehreren 100 °C notwendig ist, werden im allgemeinen zum Abdichten von Flanschen statt der in der Hochvakuumtechnik üblichen Gummidichtungen Metaldichtscheiben oder Metaldichtringe vorzugsweise aus Al, Ag oder Au verwendet. Mit den heute empfindlichsten Nachweismethoden sind dann keine Lecks mehr feststellbar. So wird z. B. in einer Ganzmetallapparatur (Volumen 53 l, Oberfläche 2 m²), die mit insgesamt 13 mit Aluminium abgedichteten Flanschen ausgerüstet ist, durch eine Getter-Ionenpumpe ohne Magnetfeld seit über 17 Monaten ständig ein Druck von 3,5·10⁻¹⁰ Torr aufrechterhalten. Die Dichtheit dieser Apparatur ist so gut, daß selbst nach mehrtägigen Strom- und Kühlwasserausfällen im ungünstigsten Fall ein Druckanstieg auf 8·10⁻⁸ Torr zu verzeichnen war. Allerdings sind Metaldichtungen gegenüber mechanischen Beschädigungen und thermischer Belastung störanfällig. Dieser Nachteil kann ausgeschaltet werden, wenn man zur doppelwandigen Bauweise mit Zwischenevakuierung übergeht. Dabei kann der auf Zimmertemperatur befindliche äußere Behälter mit Gummi gedichtet werden, während für den ausheizbaren inneren Behälter keine Dichtungen notwendig sind, da aus dem Zwischenvakuum nur wenig Gas über die Diffusionspalte in den Höchstvakuumbehälter gelangt⁵⁾.

⁵⁾ G. Kienel u. A. Lorenz, Vakuum-Techn. 9, 217 [1960].

¹⁾ Z. Naturforsch. 14a, 765 [1959].

²⁾ J. Amer. chem. Soc. 81, 4477 [1959].

³⁾ H. Hintenberger, E. Dörnenburg u. J. Franzen, Z. Naturforsch., im Druck.

⁴⁾ W. A. Chupka, J. Berkowitz u. C. F. Giese, J. chem. Physics 30, 827 [1959].