

schwach gelb gefärbtes Öl, Sdp.<sub>18</sub> 150—152° mit geringem Vor- und Nachlauf, das auch in einer Kältemischung keine Neigung zur Krystallisation zeigte.

0.1445 g Sbst.: 0.3159 g CO<sub>2</sub>, 0.1050 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>. Ber. C 59.97, H 8.05. Gef. C 59.64, H 8.13.

Trotz der auf die Tetrahydroverbindung stimmenden Analysenwerte schien das Präparat noch durch Reste von nicht reduziertem Ester verunreinigt zu sein; Proben davon gaben nach der Behandlung mit Na-Äthylat zwar keine Fällung mehr mit Essigsäure und Kupferacetat, aber noch eine schwache Rotfärbung mit Eisenchlorid. Bei der Kondensation mit den üblichen Ketonreagenzien (Semicarbazid, Phenyl-semicarbazid, Phenylhydrazin und seinen Substitutionsprodukten) hat sie uns bisher nur amorphe, zähflüssige Stoffe geliefert.

Von den bei dieser Gelegenheit zum Vergleich neu dargestellten Derivaten des  $\beta$ -Mesityloxyd-oxalsäure-äthylesters krystallisiert das Phenyl-carbamidsäure-hydrazon aus Alkohol in farblosen, seidenglänzenden Nadeln vom Schmp 219°:

0.1159 g Sbst.: 0.2625 g CO<sub>2</sub>, 0.0690 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>. Ber. C 61.63, H 6.35. Gef. C 61.79, H 6.60,

das 4-Cyan-2-nitro-phenylhydrazon in roten, bei 175° schmelzenden Prismen:

0.1092 g Sbst.: 0.2292 g CO<sub>2</sub>, 0.0473 g H<sub>2</sub>O.

C<sub>17</sub>H<sub>18</sub>O<sub>5</sub>N<sub>4</sub>. Ber. C 56.98, H 5.03. Gef. C 57.26, H 4.85.

### 359. A. von Antropoff: Ein einfacher Vorlesungsversuch zur Gewinnung von Neon und Helium aus der Luft und zur absorbierenden Wirkung der Kohle.

(Eingegangen am 6. August 1923.)

Schon vor einer Reihe von Jahren hat Gehlhoff<sup>1)</sup> unter verschiedenen anderen schönen Vorlesungsversuchen mit Edelgasen auch gezeigt, daß die Gewinnung von Neon und Helium aus der Luft als Vorlesungsversuch ausgeführt werden kann, obgleich diese Gase nur im Verhältnis von 1:80 000, bzw. 1:200 000 in der Luft enthalten sind. Gleichzeitig und unabhängig habe auch ich einen Apparat zum gleichen Zweck konstruiert und wiederholt vorgeführt<sup>2)</sup>. Da mein Apparat besonders einfach ist, so glaube ich, seine Beschreibung veröffentlichen zu sollen.

Während der Apparat von Gehlhoff aus einem Spektralrohr, einem Rohr mit Absorptionskohle, zwei mit einem Schlauch verbundenen Behältern mit Quecksilber und drei Hähnen besteht, besteht der nachstehend abgebildete Apparat nur aus dem Spektralrohr und dem Kohlerohr. Die Quecksilberbehälter und alle Hähne fallen fort. Letzteres ist deshalb besonders angenehm, weil Hähne, die selten gebraucht werden, leicht undicht sind und ein Mißlingen des Versuches verursachen können.

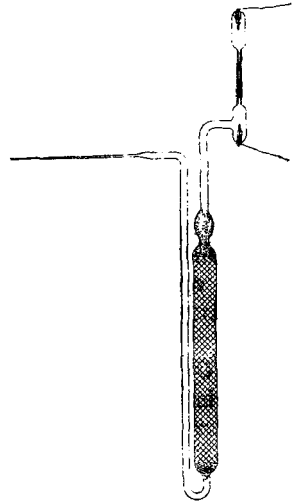
Dem aus dünnem Glase angefertigten Kohlerohr gibt man am besten eine Länge von 18 cm und einen Durchmesser von 1.8 cm. Man füllt es mit Kokosnußkohle oder mit aktiver A-Kohle von Bayer & Co. Letztere wird grob pulverisiert und möglichst viel von ihr in das Rohr gebracht. Das Pulverisieren ist zu empfehlen: 1. da von der pulverisierten Kohle ca. 50 % mehr ins Rohr gehen als von der grobkörnigen Kohle, 2. weil die

<sup>1)</sup> Phys. Zeitschr. 14, 838 [1913].

<sup>2)</sup> Ch. Z. 37, 937 [1913].

Absorption schneller erfolgt, und 3. weil die pulverisierte Kohle als »Gas-Filter« wirksamer ist. Damit kein Kohlepulver in das Spektralrohr gelangt, wird das Rohr über der Kohle etwas ausgeblasen und mit Asbestwolle gefüllt.

Die aktive Kohle enthält stets große Mengen von Wasser. Es ist ratsam, sich von einem Teil des Wassers schon vor der Beschickung des Apparates durch Trocknen der Kohle im Trockenschrank zu befreien. Um den Rest des Wassers zu entfernen, muß man das Kohlerohr nach Zusammenstellen des Apparats im elektrischen Ofen oder einem geeigneten Bad möglichst bis auf 400° erwärmen und dabei unter Vorschaltung eines Chlorcalcium- oder Phosphorpentoxyd-Rohres am besten mit einer Quecksilbervakuumpumpe evakuieren, bis kein Wasser mehr entweicht. Nach mehrfacher Benutzung des Apparates muß das wiederholt werden. Der Versuch glückt kaum schlechter, wenn nur bei Wasserbadtemperatur und mit einer Wasserstrahlpumpe getrocknet wird, doch muß dann länger und wahrscheinlich öfter getrocknet werden.



Die Ausführung des Versuches geschieht in folgender Weise:

Das Glasrohr, das vom Kohlerohr in die Luft führt, wird zu einer langen feinen Capillare ausgezogen und am Ende zugeschmolzen. Dann wird der Apparat in einem Bunsen-Stativ über einem Gefäß mit flüssiger Luft befestigt, die Elektroden des Spektralrohres mit den Polen eines Induktors verbunden und der Raum verdunkelt. Neben dem Apparat hat man einen brennenden Bunsen-Brenner zur Hand. Das Induktorium wird in Gang gesetzt. Im Spektralrohr erhält man keine oder nur Funkenentladungen. Jetzt hebt man langsam das Gefäß mit flüssiger Luft, so daß das ganze Rohr in die flüssige Luft taucht. Das Spektralrohr durchläuft jetzt schnell alle Stadien der Vakuumentladung, nach etwa einer Minute ist ein Fluoreszenzvakuum erreicht und etwas später ist das Vakuum so hoch, daß Leitung und Entladung im Spektralrohr aufhören. Jetzt bricht man das zugeschmolzene Ende der Capillare ab. Die Luft strömt ein, wird aber bis auf das Helium und Neon vollständig absorbiert. Bald beginnt wieder die Entladung, das grüne Fluoreszenzlicht tritt auf, und dazu gesellt sich bald das schöne, rotgelbe Licht des Neon-Helium-Gemisches, das immer intensiver wird. Schließlich wird das Neon-Helium-Licht blendend hell, um aber bald dem Stickstoff-Spektrum Platz zu machen. Sowie letzteres erscheint, schmilzt man das Ende der Capillare mit dem Bunsen-Brenner wieder zu. Das Stickstoff-Spektrum verschwindet wieder, und es erscheint wieder das Neon-Helium-Spektrum. Dieses Spiel kann mehrfach wiederholt werden. Ist diese Demonstration beendet, so entfernt man das Gefäß mit flüssiger Luft, bricht die Spitze der Capillare wieder ab und stellt jetzt den Bunsen-Brenner so auf, daß die geöffnete Capillare gegen den untersten Teil der Flamme gerichtet ist. Sie wird durch die bei der Erwärmung des Kohlegefäßes frei werdende Luft wie von einem Lötrohr andauernd seitwärts geblasen.

Die einzige Schwierigkeit in der Ausführung des Versuches in dieser einfachen Form besteht darin, daß es nach dem ersten Abbrechen der Spitze der Capillare anfangs schwer ist zu beurteilen, ob durch die Capillare die Luft im richtigen Tempo einströmt, so daß man nicht zu lange auf den Effekt zu warten braucht und das Einströmen auch nicht zu schnell erfolgt. Die Luft wird nämlich zuerst so quantitativ absorbiert, daß es auch bei rapidem Einströmen mehrere Minuten dauern kann,

bis eine Wirkung im Spektralrohr sichtbar wird. Man verfährt daher am besten so, daß man zuerst die dünne Capillare in einer Länge von ca. 20 cm stehen läßt und von dieser etwa alle 10 Sek. einige Zentimeter abbricht, bis eine Verminderung des Vakuums im Spektralrohr merklich wird. Ich ziehe die Capillare so aus, daß sie dickwandig ist, einen äußeren Durchmesser von ca. 1 mm hat, und die Öffnung einen kaum sichtbaren Punkt von vielleicht 0.1 mm bildet. Dann ist eine Länge von ca. 5 cm richtig. Genau kommt es hierauf natürlich nicht an. Wer ganz sicher gehen will, kann aber zwischen dem Rohr und der Capillare einen Hahn anbringen, so daß die einmal erprobte Capillare unverändert immer wieder benutzt werden kann. Schließlich kann man auch zwischen den Hahn und die Capillare noch einen aus zwei kleinen Fläschchen bestehenden, mit Schwefelsäure gefüllten Blasenähler anbringen, der eine fortwährende Beurteilung der Geschwindigkeit des Ein- oder Ausströmens der Luft ermöglicht und gleichzeitig das Eindringen von Feuchtigkeit mit der Luft verhindert. Diese Teile können angeschmolzen oder mit der in der folgenden Mitteilung beschriebenen Glockenverbindung oder auch mit Vakuumschlauch angebracht werden. Die vorhin erwähnte Gefährdung des Versuchs durch kleine Undichtigkeiten besteht natürlich nur dann, wenn diese zwischen Kohlegefäß und Spektralrohr liegen, nicht aber hier, wo kleine eindringende Luftmengen von der Kohle vollständig absorbiert wurden. Welcher Form des Versuches man den Vorzug gibt, ist natürlich Geschmackssache. In jeder Form ist er einfach auszuführen, sehr effektiv und lehrreich.

Karlsruhe, Chem. Institut d. Techn. Hochschule, Juni 1923.

### 360. A. von Antropoff: Ein zweckmäßiger Ersatz für Schliffe in der Vakuumtechnik.

(Eingegangen am 6. August 1923.)

Die Bedeutung der Vakuumtechnik nimmt auch für den Chemiker ständig zu. Es wird daher vielleicht für manchen Fachgenossen von Nutzen sein, folgende einfache und zuverlässige Methode zur Herstellung von Vakuumverbindungen kennen zu lernen, über die ich, trotz ihrer Einfachheit, in der Literatur keine Angaben gefunden habe.

Es handelt sich um die Anwendung von Glockenverschlüssen von bekannter Form, die jedoch mit den üblichen Sperrflüssigkeiten nur für nahezu gleichen Innen- und Außendruck anwendbar sind. Man kann sie jedoch ausgezeichnet als Vakuumverbindungen gebrauchen, wenn man die Sperrflüssigkeiten durch schmelzende Stoffe ersetzt, die bei den Laboratoriumstemperaturen fest sind, wie z. B. Siegelack, Picein, leichtschmelzende Legierungen u. a. Sollen bei der Anwendung von Kolophonium-Präparaten diese nicht mit den Gasen oder Dämpfen, welche die Apparatur aufnehmen soll, in Berührung kommen, so verwendet man<sup>1)</sup> als Sperrflüssigkeit Quecksilber und überschichtet dieses in warmem Zustande mit der erstarrenden Masse.

Fig. 1 stellt die einfachste Form der Verbindung dar, die ohne weitere Beschreibung verständlich ist. Durch leichtes Erwärmen der Dichtungsmasse kann in wenigen Augenblicken die Verbindung absolut sicher hergestellt und gelöst werden, oder es können verschiedene Apparateteile ausgewechselt werden. Ein Springen der angeschmolzenen Glocke wird verhindert, wenn sie aus dünnem Glase hergestellt, gut gekühlt ist und nicht unvorsichtig erwärmt wird. Ich gebe jedoch<sup>2)</sup> der Form

<sup>1)</sup> Nach einem Vorschlag meines Mitarbeiters Hrn. M. Hoepfener.

<sup>2)</sup> In Anlehnung an den Verschluss von Michaelis (Stähler, Handbuch d. Arbeitsmethoden, Bd. I, S. 585).