

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 Blasenzähler 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 Unwägbarkeiten besteht natürlich nur dann, wenn diese zwischen Kohlegefäß und Spektralrohr liegen, nicht aber hier, wo kleine eindringende Luftpengen 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 effektvoll und lehrreich.

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

360. A. von Antropoff: Ein zweckmäßiger Ersatz für Schiffe 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 kennenzulernen, 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. Siegellack, 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 man¹⁾ 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 Apparateiteile ausgewechselt werden. Ein Springen der angeschnolzenen Glocke wird verhindert, wenn sie aus dünnem Glase hergestellt, gut gekühlt ist und nicht unvorsichtig erwärmt wird. Ich gebe jedoch²⁾ der Form

¹⁾ Nach einem Vorschlag meines Mitarbeiters Herrn M. Hoeppler.

²⁾ In Anlehnung an den Verschluß von Michaelis (Stähler, Handbuch d. Arbeitsmethoden, Bd. I, S. 585).

Fig. 2 den Vorzug, weil bei ihr auch ohne besondere Vorsicht ein Springen fast ausgeschlossen ist und die Teile ohne besondere Kunstfertigkeit von jedem im Laboratorium hergestellt werden können.



Fig. 1.

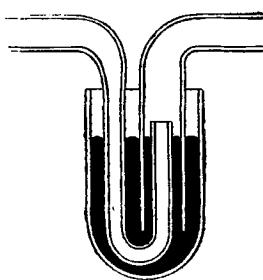


Fig. 2.

Für die Wahl eines geeigneten Sperrmittels sei folgendes bemerkt: Sehr angenehm sind im Gebrauch Mischungen von Kollophonium mit geringen Mengen von venezianischem Terpentin oder Leinöl, weil diese Mischungen durchsichtig sind und eine gute Ausfüllung der Verbindung unmittelbar mit dem Auge festgestellt werden kann. Beim venezianischen Terpentin kann die Abgabe von Kohlenwasserstoffen stören. Das ist bei Leinöl kaum der Fall, noch weniger bei Siegellack. Letzterer hat auch nicht die Eigenschaft, bei wärmeren Temperaturen und andauerndem Vakuum im Apparat langsam zu fließen. Um die Abgabe von Kohlenwasser-

stoffen vollständig zu verhindern, kann man, wie schon erwähnt, zuerst etwas Quecksilber in die Glocke füllen und die erstarrende Masse darüberschichten. In diesem Fall muß nur darauf geachtet werden, daß der Raum zwischen dem inneren und dem äußeren Rohr nicht zu eng ist, da sonst bei der Abkühlung ein Thermometereffekt eintritt, wobei die Quecksilberoberfläche im Zwischenraum soweit sinken kann, das die Luft oder Gase in den Glockenraum treten können. Auch leichtschmelzende Legierungen könnten sich vielleicht gut bewähren, doch liegen hierüber keine eigenen Erfahrungen vor.

Zum Schluß möchte ich auf die Vorzüge aufmerksam machen, welche diese Verbindungs methode vor anderen hat: 1. Es gibt kaum eine Methode, die es gestattet, so schnell und so zuverlässig Vakuumverbindungen herzustellen, zu lösen und auszuwechseln, wie die angegebene. 2. Die Beschaffung der Vorrichtung erfordert keinen nennenswerten Aufwand an Kosten und Zeit, wie die Beschaffung von Schliffen. Dabei fällt die Anwendung von Fett fort und die bei Schliffen oft vorkommende Unbequemlichkeit, daß die zu verbindenden Apparateile sehr genau fixiert sein müssen. 3. Es können Apparate aus verschiedenstem Material miteinander verbunden werden. 4. Gegenüber der bekannten Methode, zwei Röhren übereinanderzuschieben und die Verbindungsstelle mit Siegellack zu bedecken, hat sie den Vorzug, bequemer und sicherer zu sein und die Kombination mit einer Quecksilberdichtung zu ermöglichen. Trotzdem wird man natürlich überall, wo es angeht, vorziehen, Glas an Glas anzuschmelzen.

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