

Zum Schluss möchten wir darauf aufmerksam machen, dass die beizenziehenden Oxy-flavone auf Thonerdebeize ein reineres Gelb erzeugen als die entsprechenden Oxy-flavonole. Das 3'.4'-Dioxy-flavon (s. oben), das 3.4 Dioxy-flavon<sup>1)</sup>, das 2.3'.4'-Trioxy-flavon<sup>2)</sup> und das 3.3'.4'-Trioxy-flavon<sup>3)</sup> färben alle diese Beize rein gelb an, während die entsprechenden Oxy-flavonole, nämlich das 3'.4'-Dioxy-flavonol (s. oben), das 3.4-Dioxy-flavonol<sup>4)</sup>, das 2.3'.4'-Trioxy-flavonol<sup>5)</sup> und das 3.3'.4'-Trioxy-flavonol (Fisetin)<sup>6)</sup> orangegelbe Färbungen liefern. Auch beim Vergleich der mittels Luteolin (1.3.3'.4'-Tetraoxy-flavon) bezw. Quercetin (1.3.3'.4'-Tetraoxy-flavonol) erzielten Färbungen ist ein ähnlicher Unterschied zu bemerken. Das Luteolin färbt Aluminiumbeize jonquillegelb an; das Quercetin ergibt ein weniger lebhaftes Gelb, welches einen Stich in's Bräunliche besitzt.

Bern, Universitätslaboratorium.

### 382. Alfred Stock: Ueber zwei Modificationen der Töpler'schen Quecksilberluftpumpe.

[Aus dem I. Chem. Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 24. Mai 1905.)

Die Benutzung von Quecksilberluftpumpen bürgert sich in den chemischen Laboratorien immer mehr ein; in vielen Fällen ist das tiefe Vacuum, welches sie erreichen lassen, mit grösstem Vortheil zu verwenden, sei es z. B. dass man von der damit zu erzielenden grossen Erniedrigung der Siedepunkte Gebrauch machen oder eine Reaction bei absolutem Luftausschluss vornehmen will, oder dass ein grösserer Apparat mit einem ganz reinen Gas gefüllt werden soll.

Die bekannten Quecksilberluftpumpen sind Abänderungen zweier Typen, der Töpler'schen und der Sprengel'schen. Die Sprengel-Pumpen haben bei manchen sonstigen Vorzügen den einen grossen Nachtheil, dass ihre Leistungsfähigkeit sehr vermindert wird, sobald das Quecksilber oder das Fallrohr verunreinigt werden; und das ist bei vielen chemischen Operationen nicht zu vermeiden. Da sind nach meiner Erfahrung die Töpler-Pumpen vorzuziehen.

1) Woker, Kostanecki und Tambor, diese Berichte 36, 4242 [1903].

2) Kostanecki und Schmidt, diese Berichte 33, 326 [1900].

3) Kostanecki und Rózycki, diese Berichte 34, 3721 [1901].

4) Dobrzyński und Kostanecki, diese Berichte 37, 2806 [1904].

5) Kostanecki und Kugler, diese Berichte 37, 781 [1904].

6) Kostanecki, Lampe und Tambor, diese Berichte 37, 784 [1904].

Die im Folgenden beschriebenen beiden Modificationen der ursprünglichen Töpler-Pumpe haben sich bei jahrelangem Gebrauch im hiesigen Institut bewährt.

Die erste (Fig. 1) hat im allgemeinen die altübliche Form der Hubpumpe; sie ist zum Auffangen der ausgepumpten Gase eingerichtet. Das seitliche Capillarrohr endet in der Porzellanwanne *A*. Diese trägt das eingekittete Rohr *B*, durch welches das nach *A* übergedrückte Quecksilber in das Gefäß *C* abfließt. Von hier strömt es, wie die Zeichnung ersehen lässt, in das Vorrathsgefäß zurück. Das Schwimmerventil *D* verhindert, dass Quecksilber beim Heben des Vorrathsgefäßes *E* wieder nach *C* zurücksteigt<sup>1)</sup>. Es sei noch auf die beiden Verengungen  $V_1$  und  $V_2$  am Obertheil der Pumpe aufmerksam gemacht. Es empfiehlt sich, derartige Verengungen an allen Töpler-Pumpen anbringen zu lassen; es wird dadurch verhütet, dass das Quecksilber beim Ansteigen durch zu heftiges Anschlagen das W-förmige Capillarrohr zerschlägt, ein Unfall, der nicht selten ist, wenn die Verengungen fehlen.

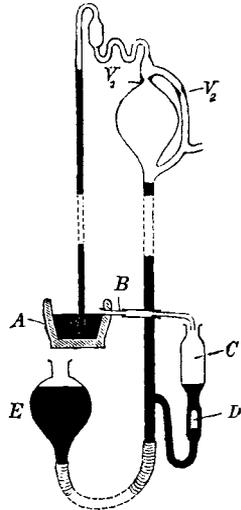


Fig. 1.

Die zweite hier zu beschreibende modificirte Form der Töpler-Pumpe ist eine abgekürzte Hubpumpe, wie sie erhalten wird, sobald man den Raum über dem Quecksilber im unteren Vorrathsgefäß mit einer HülfsLuftpumpe verbindet. Das Princip ist schon häufig verwandt<sup>2)</sup>; bei der vorliegenden Pumpe ist durch Anbringung einer Anzahl selbstthätiger Ventile eine sehr einfache Handhabung erreicht worden.

Der Zeichnung (Fig. 2) ist nur wenig hinzuzufügen. *A* und *B* sind Dreiweghähne; *A* trägt ein kurzes Stück Gummischlauch mit einer Klemmschraube. *C* ist ein einfacher Hahn. Bei *D* wird das leer zu pumpende Gefäß angesetzt. *E* dient zur Verbindung mit der

<sup>1)</sup> Die Vorrichtung kann ohne Schwierigkeit an alten Töpler-Pumpen angebracht werden. Für unser Institut führte sie die Firma Max Stuhl, Berlin N. 24, Friedrichstrasse 130, aus.

<sup>2)</sup> Vergl. z. B. Travers, Experimentelle Untersuchung von Gasen, deutsch von Estreicher, Braunschweig 1905, S. 11.

Hüfluftpumpe (Centralvacuumleitung, Kolbenluftpumpe, Wasserstrahlpumpe oder dergl.), welche ein Vacuum von etwa 10 cm Quecksilberdruck erreichen lassen muss.

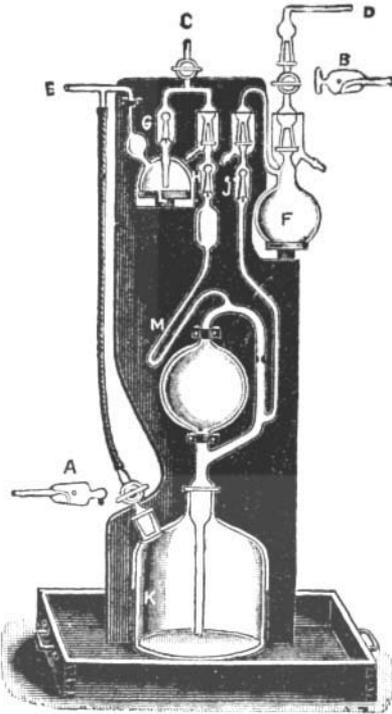


Fig. 2.

*F* wird mit einem Trockenmittel gefüllt. *G, H, I* sind Rückschlag-Schwimmerventile.

Die Benutzung der Pumpe gestaltet sich folgendermaassen:

Man füllt durch den seitlichen Tubus in das Gefäss *K* reines Quecksilber bis zur eingezätzten Strichmarke<sup>1)</sup>. Alsdann giesst man von *E* aus soviel Quecksilber in das Ventilgefäss *L*, dass das innere Rohr 2—3 mm tief eintaucht. *E* wird durch Druckschlauch mit der Vorpumpe (s. o.) verbunden. Hahn *C* wird geschlossen, Hahn *A* so gestellt, dass sein Griff senkrecht steht. Die Klemmschraube am Schwanzstück von *A* wird zunächst zugeschraubt.

Jetzt wird die Vorpumpe in Betrieb gesetzt und dadurch der gesammte Innenraum der Quecksilberluftpumpe und des angeschlossenen Apparates evacuirt.

Sobald das erreichbare Vacuum erzielt ist, wird Hahn *A* waagrecht gestellt, und zwar so, dass der daran markirte schwarze Punkt nach unten steht. Nun wird die Klemmschraube bei *A* vorsichtig geöffnet. Dadurch dringt Luft in *K* ein, sodass das Quecksilber in der Kugel und den damit verbundenen Röhren emporsteigt. Die Klemmschraube wird so eingestellt, dass das Emporsteigen des Quecksilbers zwar schnell, aber ohne heftiges Stossen vor sich geht. Dem weiteren Vordringen des Quecksilbers wird durch die Ventile *H* und *I* eine Grenze gesetzt. Die zuvor in der Kugel befindliche Luft ist durch *G, L* und *E* von der Hüflpumpe abgesaugt worden. Sobald das Quecksilber das Ventil *H* erreicht hat, wird Hahn *A* wieder senkrecht gestellt und dadurch *K* von neuem evacuirt. Das Quecksilber fliesst nun in das Gefäss *K* zurück, wobei ein

<sup>1)</sup> Es ist etwa 1 L Quecksilber erforderlich.

als Abschluss dienender Quecksilberfaden in dem U-förmigen Capillarrohr *M* zurückbleibt, während das Ventil *G* ein Zurückströmen von Luft höheren Druckes in die Pumpe verhindert. Ist das Quecksilber so tief gesunken, dass die zunächst absolut luftleere Kugel mit *F* und dem leer zu pumpenden Apparat in Communication getreten ist, so wird *A* wieder wagerecht gestellt; das Quecksilber steigt in Folge dessen von neuem u. s. f. Man hat von nun ab nur den Hahn *A* zu drehen: senkrecht, sobald das Quecksilber das Ventil *H* erreicht hat, und wagerecht, wenn es unter die Verzweigungsstelle des neben der Kugel befindlichen Rohres gefallen ist. Der Grad des erreichten Vacuums lässt sich mit Leichtigkeit an dem Luftquantum erkennen, welches zwischen dem ansteigenden Quecksilber und dem Quecksilberfaden in *M* eingeschlossen wird.

Will man das Pumpen unterbrechen und die Hilfspumpe abstellen, so bringt man zuvor *A* in wagerechte Stellung, und zwar derartig, dass der schwarze Punkt am Hahngriff nach oben zeigt.

Soll die evacuirte Pumpe wieder mit Luft gefüllt werden, so stellt man *A* senkrecht, schliesst die Verbindung mit der Hilfspumpe bei *E* und öffnet Hahn *C*. Die Luft strömt durch beide Aeste der Verzweigung bei *C* ein.

Die wesentlichsten Vortheile der Pumpe<sup>1)</sup> sind:

die einfache Handhabung, die sich auf Drehen des Hahnes *A* beschränkt;

ihre grosse Wirksamkeit, welche müheloses, schnelles Evacuiren auch sehr geräumiger Gefässe erlaubt<sup>2)</sup>;

absolute Reinhaltung des Quecksilbers, welches weder mit Fett, noch mit Kautschuck oder dergleichen in Berührung kommt;

ihre handliche Form und geringe Grösse, die sie leicht transportabel und ihrer Herstellung anderen Constructionen gegenüber wohlfeil machen.

Bringt man Hahn *A* mit einer selbstthätig wirkenden Umstellvorrichtung in Verbindung<sup>3)</sup>, so lässt sich die Pumpe unschwer in eine automatische abändern.

<sup>1)</sup> Die Pumpe ist der Firma C. Richter, Berlin N. 24, Johannisstr. 14/15, geschützt.

<sup>2)</sup> Steht eine Centralvacuumleitung oder eine mechanisch getriebene Kolbenluftpumpe zur Verfügung, so kann die Füllung und Entleerung der Kugel mit Quecksilber 2—3 Mal in einer Minute erfolgen.

<sup>3)</sup> Vergl. z. B. das oben citirte Travers'sche Buch, S. 11.