

in der folgenden Abhandlung, da wir mit ihm außer der vollkommenen Destillation des Zinns auch noch weitere interessante Untersuchungen ausführen konnten. Wir haben deshalb vorläufig auch von genaueren Temperaturbestimmungen abgesehen und werden erst im Laufe der mit dem neuen Apparat ausgeführten Versuche darauf zurückkommen.

Zusammenfassung.

1. Die bisherigen, in der Literatur beschriebenen Versuche zur Destillation des Zinns im Vakuum wurden kurz besprochen.

2. An Hand einer Abbildung wurde ein Apparat beschrieben, der es erstmalig ermöglichte, in einwandfreier Weise Zinn im Vakuum zu destillieren. Hierbei befand sich der Heizkörper im Vakuum innerhalb des Destillationsrohres, welches von außen durch fließendes Wasser gekühlt wurde.

3. Die eigentümlichen, von Verunreinigungen aller käuflichen Zinnsorten herrührenden Produkte der Destillation, die sich stets vor der Destillation des Zinns selbst niederschlugen, wurden beschrieben und näher in ihren Reaktionen untersucht. Selbst hergestelltes, ganz reines Zinn wurde ebenfalls destilliert. Dabei traten die ersterwähnten Beschläge nicht mehr auf.

Berlin, im März 1911.

228. Franz Fischer und Erich Tiede: Ein für chemische Zwecke geeigneter elektrischer Wolfram-Widerstandsofen.

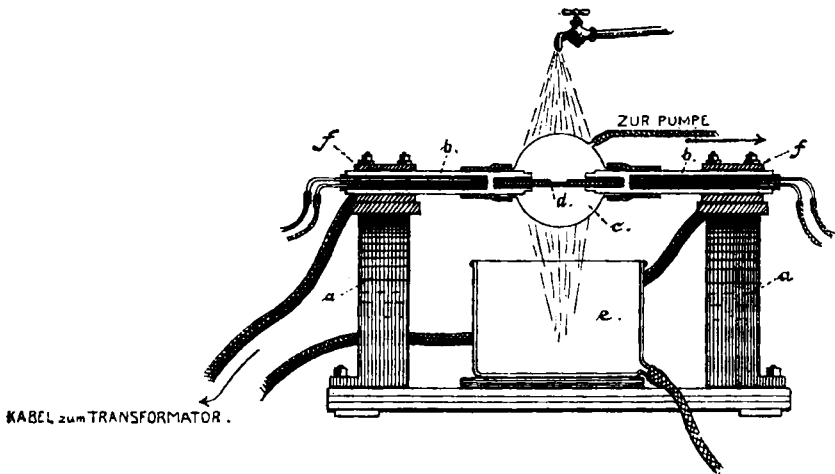
[Aus dem Chemischen Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 10. Mai 1911.)

In der voranstehenden Mitteilung über »Die Destillation des Zinns im Vakuum« hatten wir eine Versuchsanordnung beschrieben, die es zum ersten Mal ermöglichte, Zinnmetall in reinster Weise im Vakuum zu destillieren. Der bei diesem Apparate als Heizmittel verwendete Platindraht legierte sich aber bei Weißglut gelegentlich mit destillierendem Zinndampf und schmolz sodann nach kurzem Gebrauche durch. Dadurch waren dauernd kostspielige und langwierige Reparaturen nötig. Wir gingen deshalb nach eingehenden Versuchen unter Beibehaltung prinzipieller Teile des alten Ofens zu einer Neukonstruktion über, die sich nicht nur für die Zinndestillation, sondern auch für viele andere Zwecke als recht praktisch erwies. Wir wollen

in vorliegender Mitteilung nur diese Apparatur beschreiben, über spezielle Anwendungen aber erst später berichten¹⁾.

Für den früher gebrauchten Platindraht suchten wir ein anderes, möglichst hoch schmelzendes Material als Heizkörper. Wir wollten unser bei den früheren Versuchen wohlbewährtes Verfahren, die Heizquelle im Vakuum im Inneren des Destillationsraumes anzuordnen, beibehalten und ebenso das Destillationsrohr, welches aus gewöhnlichem Glas gefertigt war, auch fernerhin außen durch fließendes Wasser kühlen.



Die Zeichnung stellt im Querschnitt unseren Apparat dar. Von einem Niederspannungs-Transformator, der von einem Einanker-Umformer gespeist wurde, führen starke Kupferkabel den Strom den beiden Polen *a* zu. Der Transformator war so gebaut, daß er je nach Bedarf drei verschiedene Spannungen zu entnehmen gestattete, und zwar, bei voller Ausnutzung, 8 Volt und 450 Amp. oder 4 Volt und 850 Amp. oder 2 Volt und 1700 Amp. Um den bei diesen großen Stromstärken notwendigen Querschnitt der Leitungen zu haben, bestanden dieselben aus mehreren Kupferkabeln. In der Zeichnung ist nur je eines zu sehen. Die auf einem eichenen Grundbrett befestigten Träger *a* endigten oben in Kupferbarren, an die mit starken Mutterschrauben die Stromzuleitungskabel angeschraubt waren. Je eine entsprechend ausgehöhlte Kupferplatte *f* wurde aufgeschraubt und preßte zwischen Platte und Stütze die eigentlichen Pole *b* mit gutem Kontakt fest. Sie waren durch

¹⁾ Vakuum-Widerstandsöfen ähnlicher Form, aber mit Kohle oder dem teuren Iridium als Heizkörper sind, wie wir erst nachträglich gefunden haben, schon früher von Pring und Hutton (Soc. 89, 1591 [1906]) beschrieben worden, auf die sich auch Greenwood (Soc. 93, 1483 [1908]) bezieht. In der in Fußnote 1 auf S. 1719 zitierten Arbeit sind diese Öfen nicht erwähnt.

Ausbohren von Rundstäben aus Kupfer erhalten. Die Bohrung von einem Ende her war tief, die vom anderen her nur kurz. Die beiden äußeren Bohrungen dienten, wie aus der Figur leicht ersichtlich ist, zur Einführung je zweier Messingrohre, durch die das Kupferrohr innen durch fließendes Wasser stark gekühlt werden konnte. Die beiden inneren zylindrischen Vertiefungen waren dazu bestimmt, das zum Heizkörper bestimmte Material aufzunehmen. Über die Kupferrohre konnte eine zweifach tubulierte Glaskugel *c* beliebigen Durchmessers geschoben werden. Sie wurde dann mit eingefetteten Gummischläuchen vakuumdicht an den Kupferrohren befestigt. Vermittels eines seitlich an die Kugel angeschmolzenen Glasrohres geschah die Verbindung mit einer rotierenden Gaedeschenschen Kapselpumpe. Die Kugel selbst wurde während der Versuche von Wasser, genau der Zeichnung entsprechend, überflossen.

Als eigentlichen Heizkörper *d* benutzten wir Rohre aus verschiedenem Material.

Anfänglich versuchten wir es auch hier mit Platin als Heizmaterial, indem wir ca. 8 cm lange, 4 cm breite, dünne Platinbleche halbzylindrisch bogen und zwischen die Kupferpole steckten. Durch geeignete Stromstärke brachten wir das Blech dann im Vakuum zur Weißglut.

Für Versuche wesentlich unterhalb des Schmelzpunkts des Platins ersetzten wir das Platinblech durch wohlfeilere Eisenblechzylinder, die wir aus Elektrolyteisen (Schmp. 1600°), welches nach dem Verfahren des einen von uns hergestellt war, uns passend formten. Diese konnten wir bei Anwendung entsprechender Stromstärken in kurzer Zeit im Vakuum zur Verdampfung bringen, so daß die Glaskugel nach kurzer Zeit mit einem so starken Eisenspiegel bedeckt wurde, daß man das innen weißglühende Rohr nicht mehr durchsehen konnte. Da die lebhaftere Verdampfung von Zinn im Vakuum erst kurz vor dem Schmelzpunkt des Platins beginnt, stellten wir für die Zinndestillation ein Rohr aus dem erst bei 3000° schmelzenden Wolfram her. Wir preßten uns selbst aus Wolframpulver ein kleines Rohr, indem wir nach den Angaben v. Wartenbergs¹⁾ in seiner Arbeit über »Thorium« verfahren. Nachdem wir die Herstellung kleiner Rohre gelernt hatten, gingen wir dazu über, große Wolframrohre zu verfertigen, und es gelang uns auch die Herstellung eines 8 cm langen, 1,6 cm im Durchmesser betragenden Rohres von 3 mm Wandstärke.

¹⁾ Z. El. Ch. 15, 867 [1909]. Hr. Dr. v. Wartenberg war so liebenswürdig, uns bei den ersten Versuchen, solche kleinen Wolframrohre herzustellen, zu helfen, wofür wir ihm auch an dieser Stelle unseren besten Dank sagen. Die Anfertigung großer Rohre gelang uns dann selbst.

In dieses Rohr bohrten wir nun in die Mitte des äußeren Mantels eine Höhlung hinein, in die wir Tiegelchen aus Magnesia zur Aufnahme der zu destillierenden Substanzen setzen konnten. Das Rohr selbst (*d*) wurde zwischen die Kupferrohre *b* gespannt, und zwar war es so genau gearbeitet, daß es mit leichter Reibung gewissermaßen als Stempel in die genau zylindrisch gebohrten Vertiefungen paßte. Wir konnten mit Befriedigung konstatieren, daß durch das bloße Aufliegen des Wolframrohres in beiden Kupferbohrungen genügend guter Kontakt erreicht wurde. Dabei hatte das Wolframrohr noch genügend Spielraum, um sich bei der Erhitzung noch in der Länge ausdehnen zu können.

Mit dieser Vorrichtung gelang es uns nun, 1.5 g Zinn in fünf Minuten quantitativ vom Boden des Magnesia-Tiegels wegzudestillieren. Die Hauptmenge des destillierten Metalls setzte sich dabei in kleinen silberweißen Kügelchen oder auch in lockerer, grauer, schwammiger Masse auf den Rand des Magnesiatiegels, während sich an der inneren Wandung der wasserumflossenen Glaskugel ein reichlicher schwarzer Metallspiegel von fein verteiltem destilliertem Zinn niederschlug. Die Strahlung des bis nahe zum Verdampfen erhitzten Wolframrohres war so stark, daß man erst, nachdem das Wolframrohr bis auf Rotglut abgekühlt war, das Vorhandensein eines dichten schwarzen Metallspiegels auf der Glaswand bemerkte. Auch war die Wärmestrahlung so groß, daß man die Hand nur kurze Zeit vor die wasserumflossene Glaskugel halten konnte. Genane Temperaturmessungen werden wir bei den Versuchen bringen, die wir mit unserem Apparat auszuführen begonnen haben.

Zusammenfassung.

1. Es wird ein für chemische Zwecke geeigneter elektrischer Wolfram-Widerstandsofen zur Erzielung extremer Temperaturen im Vakuum beschrieben.

2. Mit seiner Hilfe gelang die Destillation relativ großer Mengen Zinns in kurzer Zeit.

Berlin, im März 1911.