

beizubringen, sie mit geeigneten Beispielen zu belegen und durch Abschätzung der Bindungswinkel auf unabhängigem, präparativem Wege experimentell zu unterbauen.

Da wir immer einzelne Atome oder Pseudoatome, wie z. B.  $\text{CH}_2$ , O und S betrachten und ihre Bindungswinkel vergleichen, berühren etwa solche von Bruni aufgezählten Paare mit Ringsystemen verschiedener Gliederzahl, wie Benzol-Thiophen, Benzol-Cyclopentadien, Naphthalin-Cumaron, Phenanthren-Diphenylenoxyd, unser Problem ebensowenig wie das System Acetophenon-Acethienon, bei denen die betrachteten Atome — O und S — nur mit einem weiteren Atom verknüpft sind.

Infolge von Unklarheiten in der übrigen hierher gehörigen neueren Literatur möchte ich noch feststellen, daß die ersten Hinweise auf Beziehungen zwischen Valenzwinkel und isomorpher Vertretbarkeit nicht von Cullinane und Plummer<sup>3)</sup> stammen, sondern von mir in einer früheren Arbeit gemacht und durch Versuche belegt wurden<sup>4)</sup>.

### 163. Alexander Rollett: Ein einfacher selbsttätiger Vakuumregler.

[Aus d. Chem. Institut d. Universität Graz.]

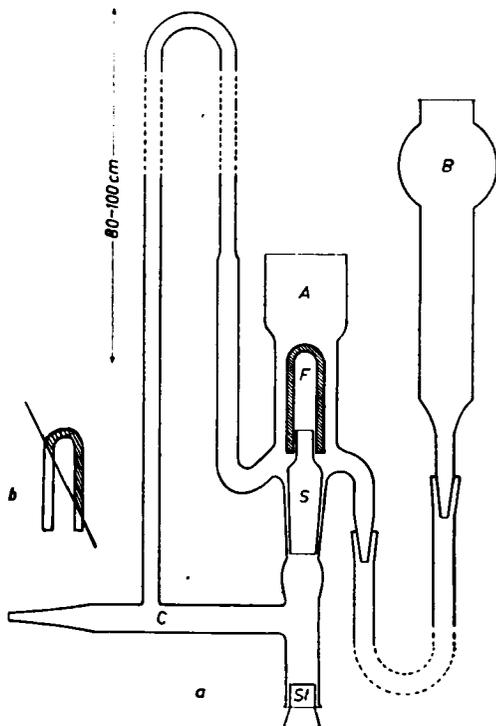
(Eingegangen am 5. August 1940.)

Die Schwierigkeit der Erhaltung eines gleichbleibenden Vakuums macht sich am stärksten in jenen Fällen geltend, bei denen es sich darum handelt, Drucke, die wesentlich verschieden von der Höchstleistung der verwendeten Pumpe sind, einzuhalten.

Die verschiedenen bisher bekannten, meist elektrisch gesteuerten Ausgleichsventile sind recht verwickelt im Aufbau und Gebrauch, so daß in den meisten Fällen auf durch Hand betätigte Feinregelventile zurückgegriffen wird. In allen diesen Fällen ist aber die Einschaltung eines großen Druckausgleichsgefäßes erforderlich, in den meisten die Einstellung langwierig und für jeden Betriebsfall neu anzupassen. Feinregelventile versagen ferner, wenn während der Arbeit Gasentwicklung durch Zersetzungserscheinungen an den eingesetzten Körpern eintritt.

Eine einfache selbsttätige Regelungseinrichtung läßt sich mit Hilfe von Ton- oder Glasritzenfiltern, die für Quecksilber unter dem Überdruck einer Atmosphäre nicht durchlässig sein dürfen, herstellen. Ein zweckmäßiger und erprobter Aufbau wird durch die Abbildungen a und b veranschaulicht.

Das rohrförmige Gefäß A ist einerseits durch ein Manometerrohr von mindestens 80 cm Höhe und



Selbsttätiger Vakuumregler.

<sup>4)</sup> A. 528, [223 1937].

6—8 mm Durchmesser, andererseits durch den Normalschliff S mit Rohr C verbunden, welches durch ein T-Stück an den ganz gewöhnlich aufgebauten Vakuumapparat angeschlossen ist. Das Rohr A ist ferner durch einen Ansatz und Schlauch mit der Birne B verbunden.

Der in S passende Schliffkegel trägt das Filter, (in der Abbild. eine Filterkerze, vergl. b), und ist mit diesem, z. B. durch Piceinkittung, verbunden. Für richtiges Arbeiten des Reglers ist es wesentlich, daß nur die senkrechte Fläche des Filters in Wirksamkeit tritt, deren Durchlässigkeit sich nach unten zu vergrößern muß. Dies läßt sich bei Filterkerzen leicht durch einen entsprechenden Lacküberzug erreichen, der nach Abbild. b die Kuppe völlig abdeckt, seitlich aber einen keilförmigen Teil der Filterfläche frei läßt. Die schlanke Spitze dieses Keiles ist nach oben gerichtet. Die untere durch den Stopfen St verschlossene Öffnung erleichtert das Einsetzen und Ausheben des Schliffkegels in S, der zur Sicherheit durch ein weiches Hahnfett abzudichten ist.

Der fertig zusammengestellte Apparat wird bei ungefähr mittelhoch stehender Birne B mit Quecksilber gefüllt, bis die Filterkerze vollständig bedeckt ist. Durch Absaugen bei C steigt dieses im Barometerrohr auf und gibt dadurch einen entsprechenden Teil der durchlässigen Filterschicht frei; die Höhe des gewünschten Vakuums läßt sich nun durch Verstellen der Birne B leicht regeln. Bereits geringe Veränderungen des Vakuums geben durch Steigen oder Fallen des Quecksilberspiegels in A Verkleinerung oder Vergrößerung der luftdurchlässigen Fläche des Filterkörpers und selbständige Neueinstellung des gewünschten Druckes. Durch entsprechende Formgebung der abgedeckten Filterfläche und Austausch des Rohres B gegen ein solches mit anderem Durchmesser läßt sich das richtige Zusammenspielen des Reglers binnen kurzem erreichen.

Bei einer der Durchlässigkeit der Filterkerze richtig angepaßten Abdeckung lassen sich durch einfaches Verstellen von B Drucke bis auf 2—3 mm absolut einstellen und selbst in solchen Fällen auf gleicher Höhe halten, bei denen durch Zersetzung der Substanz Gasentwicklung auftritt, vorausgesetzt natürlich, daß die verwendete Pumpe das entstandene Gasvolumen zu bewältigen in der Lage ist. Auch den verschiedenen Leistungen der Pumpe ist der Regler gewachsen.

Allzu feines Filtermaterial ist für den Einbau unbrauchbar. Eine zusätzliche Feineinstellung ist durch einen mit Schraube verstellbaren Senkkörper zu Birne B möglich, kommt aber nur in den seltensten Fällen und für die niedrigsten Drucke in Frage. Für Drucke unter 1 mm absolut ist der Regler naturgemäß nicht geeignet.

Bei Arbeiten im indifferenten Gasstrom ist die Verbindung des Gefäßes A mit einem Gasentwickler ohne weiteres möglich, aber selbst hier in den meisten Fällen entbehrlich, wenn der Regler gleich hinter der Pumpe eingeschaltet wird, und diese die geringe Menge der eintretenden Luft sofort absaugt. Das Einschalten großer Ausgleichsgefäße ist unnötig. Bei stark stoßenden Flüssigkeiten ist die Verbindung durch ein capillares Zwischenstück zur Beruhigung der Quecksilbersäule notwendig.