

Apparatur zur Entgasung von Flüssigkeiten

(Kurze Mitteilung)

Von

H. Volk, A. Neckel und F. Kohler*

Aus dem I. Chemischen Laboratorium der Universität Wien

Mit 1 Abbildung

(Eingelangt am 18. Januar 1956)

Da die Bearbeitung vieler wissenschaftlicher Probleme die Verwendung von größeren Mengen luft- bzw. gasfreien Substanzen erfordert, erscheint es gerechtfertigt, kurz über eine von uns entwickelte Anordnung zu berichten, die eine verhältnismäßig rasche Entgasung auch größerer Flüssigkeitsmengen erlaubt. Das Ergebnis der Entgasung kann nach der von *A. Smits*¹ angegebenen Methode unmittelbar überprüft werden.

Obwohl die Löslichkeiten der in Frage kommenden Gase in Flüssigkeiten sehr klein sind und daher in solchen Fällen eine vollständige Entgasung als leicht durchführbar erscheinen könnte, erfolgt die Gleichgewichtseinstellung jedoch im allgemeinen außerordentlich langsam. Sie hängt im wesentlichen von der Geschwindigkeit der Erneuerung der Grenzflächen zwischen Flüssigkeit und Dampf ab.

In der Literatur findet man folgende Vorschläge zur Entgasung von Flüssigkeiten. *W. Biltz* und Mitarbeiter² sowie *M. Höppner* und *A. v. Antropoff*³ empfehlen, auf Grund der bekannten sichtbaren Entbindung von Luftbläschen beim Auftauen im Hochvakuum, ein so lange wiederholtes abwechselndes Auftauen und Erstarrenlassen im Hochvakuum, bis keine Luftbläschen mehr auftreten. Doch ist schon nach den Erfahrungen von *A. Smits* und Mitarbeitern¹ eine derartige Methode als vollkommen unzureichend anzusehen, was auch wir feststellen mußten. Ein einmaliges kurzes Abpumpen des Dampfes, wie es bei den Messungen des Sättigungsdruckes nach *A. Smith* und *A. W. C. Menzies*⁴ erfolgt, schafft nur im Augenblick eine gasfreie Oberfläche und ist wegen der Nachdiffusion der Gase aus dem Flüssigkeitsinneren ebenfalls vollkommen ungenügend. Wirksamer ist das von *K. Drucker* und *E. Moles*⁵ und *L. Riccoboni*⁶ empfohlene Verfahren, die Flüssigkeit längere Zeit im

* Gegenwärtige Adresse von *F. Kohler*: University of North Carolina, Chapel Hill, U. S. A.

¹ *A. Smits*, *E. L. Swart*, *P. Bruin* und *W. M. Mazee*, *Z. physik. Chem.*, Abt. A **155**, 143 (1931).

² *W. Biltz*, *E. Winnenberg*, *W. Fischer* und *A. Sapper*, *Z. physik. Chem.*, Abt. A **151**, 9 (1930).

³ *M. Höppner* und *A. v. Antropoff*, *Z. physik. Chem.*, Abt. A **152**, 95 (1930).

⁴ *A. Smith* und *A. W. C. Menzies*, *Ann. Physik* **33**, 971 (1910).

⁵ *K. Drucker* und *E. Moles*, *Z. physik. Chem.* **75**, 409 (1910).

Vakuum auszukochen und den Dampf mit den in ihm enthaltenen Gasen von Zeit zu Zeit abzupumpen. Wir selbst benützten bisher das von *A. Smits* und Mitarbeitern¹ angegebene Verfahren. Vollständige Entgasung wird hier dadurch erreicht, daß man, nach mehrmaligem Auftauen und Erstarrenlassen unter zeitweiligem Abpumpen der Dämpfe, etwa zwei Drittel der zu entgasenden Flüssigkeit langsam in ein abzuschmelzendes Gefäß überdestilliert; die gelösten Gase sind in den überdestillierten Anteilen enthalten. Diese Methode liefert jedoch nur geringe Mengen (20 bis 60 ml) gasfreier Flüssigkeit. Wesentlich größere Mengen entgaster Flüssigkeit lassen sich nach dem Verfahren von *R. K. Taylor*⁷ gewinnen. Der Autor benützt das Prinzip der fraktionierten Destillation zur Trennung der gelösten Gase von der Flüssigkeit. Er erreicht eine ständige Erneuerung der Oberfläche durch Erwärmen eines Seitenrohres, in dem die zu entgasende Flüssigkeit teilweise verdampft. Die Dampfblasen nehmen Flüssigkeit mit und werfen sie gegen die gegenüberliegende Wand, während aus dem Hauptgefäß neue Flüssigkeit in das Seitenrohr nachströmt, so daß ein ständiger Kreislauf erzielt wird. Die Erneuerung der Oberfläche erfolgt jedoch verhältnismäßig langsam, so daß eine vollständige Entgasung längere Zeit in Anspruch nimmt.

Um eine möglichst große Oberfläche zu schaffen und um diese so rasch und wirksam wie möglich zu erneuern, bedienten wir uns des von *W. Swietoslowski* für ebullioskopische Messungen eingeführten Zersprühungsprinzips (vgl. Abb. 1). In einen birnenförmigen Kolben *K* wird durch das anschließend abzuschmelzende Rohr *G* die Flüssigkeit so hoch eingefüllt, daß sie das Siedegefäß etwa bis zur Höhe *H* füllt. Anschließend wird die Apparatur, gegebenenfalls unter gleichzeitigem Kühlen der Flüssigkeit mit einer Kältemischung oder mit flüssiger Luft, über den Vakuumhahn *A* kurz evakuiert und dadurch der größte Teil der in der Dampfphase befindlichen Luft entfernt. Das Siedegefäß wird nun durch eine geeignete Heizvorrichtung zu kräftigem Sieden angeheizt; um das Sieden zu erleichtern, ist am Boden des Kolbens etwas Glasstaub angesintert. Hierbei ergießt sich ein ständiger Strom von Dampf und Flüssigkeit durch *L* gegen das Rohr *F*, das einen spiralförmig angeschmolzenen Glasstab trägt. Die auf diese Weise erzielte sehr feine Zerteilung der Flüssigkeit und die ständige Erneuerung der Oberfläche bewirkt eine wesentlich raschere Gleichgewichtseinstellung. Während die Flüssigkeit wieder in das Siedegefäß zurückfließt, gelangen die Dämpfe und die in ihnen angereicherten Gase in die Kolonne *D*, wo sie einer fraktionierten Destillation unterworfen werden. Der aus der Kolonne austretende Dampf wird in dem besonders gut wirksamen Muschelkühler *C* kondensiert, während sich die zu entfernenden Gase in der

⁶ *L. Riccoboni*, Gazz. chim. ital. **71**, 139 (1941).

⁷ *R. K. Taylor*, J. Amer. Chem. Soc. **52**, 3577 (1930).

Kugel *B* anreichern und von dort von Zeit zu Zeit durch kurzes Öffnen des Hahnes *A* in das Vakuum abgezogen werden. Die entgaste

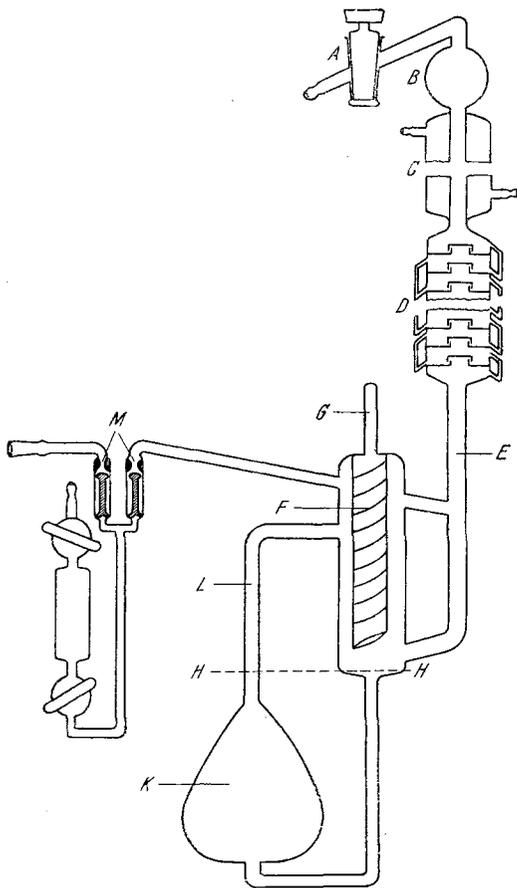


Abb. 1.

Flüssigkeit kann bei geöffneten Stockventilen *M* durch Destillation aus der Apparatur entnommen werden. Das Stoßen der Flüssigkeit kann durch *dauerndes* kräftiges Sieden verhindert werden. Nach unseren Erfahrungen tritt ein Siedeverzug nur dann auf, wenn das Sieden der schon weitgehend entgasten Flüssigkeit vorübergehend unterbrochen wurde, was infolgedessen unbedingt zu vermeiden ist. Den Erfolg der Entgasung überprüften wir nach der von *A. Smits*¹ vorgeschlagenen Methode⁸. Die Messung des Inertgasdruckes mittels eines *McLeod-Manometers*⁹ ergab einen Luftgehalt von weniger als 10^{-4} Torr. Wir halten jedoch diese Methode wegen der Löslichkeit der Inertgase in dem Kondensat für weniger zuverlässig.

Nach beendeter Entgasung kann die Kolonne bei *E* abgeschmolzen und der untere Teil der Apparatur als Vorratsgefäß verwendet werden. Mit der beschriebenen Anordnung lassen sich beispielsweise innerhalb von 10 Stdn. 250 bis 300 ml Hexan so weit entgasen, daß darin nach *Smits* kein Luftgehalt mehr nachgewiesen werden kann.

⁸ Vgl. auch *H. Tschamler* und *F. Kohler*, *Mh. Chem.* 81, 463 (1950).

⁹ *F. Klages* und *K. Möhler*, *Angew. Chem.* 58, 60 (1945).