

(Physiologisches Laboratorium in Bonn.)

**Ueber einige Einrichtungen der Quecksilberluft-
pumpe mit besonderer Rücksicht auf die Gewin-
nung der Carbonate aus eingeschmolzenen
Röhren.**

Von

E. Pflüger.

Nebst Tafel I.

In neuerer Zeit werden die von mir eingeführten Trockenräume in einer Form benutzt, die ich für fehlerhaft halte. Eine Quecksilberluftpumpe mit solcher Einrichtung hat sogar den Weg in mein Laboratorium gefunden, und ich habe mich durch die Benutzung dieser Pumpe aus eigener Erfahrung von der Fehlerhaftigkeit der genannten Construction der Trockenräume überzeugt, weil ich dieselbe mit misslungenen Analysen bezahlt habe. Diese fehlerhaft construirten Trockenräume bestehen im Wesentlichen aus einem U-förmigen Glasrohr, dessen untere gebogene Partie kugelförmig erweitert ist und zur Aufnahme von Schwefelsäure dient. Die beiden, beim Gebrauch vertikal stehenden, engeren Glasröhren werden mit Bimstein oder mit Glasperlen oder mit Glasmuschelchen gefüllt. Diese Füllung ist mit Schwefelsäure benetzt, beziehungsweise von ihr durchtränkt. Damit diese Bimsteinstückchen oder Muschelchen in den beiden Röhren bleiben, befindet sich an dem unteren Ende derselben eine Verengung, da also, wo dieselben in die untere, kugelige Erweiterung ausmünden. Da nun bei dem Gebrauch der Trockenräume ein Strom von Gas aus dem Recipienten durch sie fließt, so werden die Wasserdämpfe des Gases zunächst von der Schwefelsäure absorbiert, welche die Oberflächen der Bimsteinstücke überzieht. Mehr und mehr fließt in Folge dessen verdünnte Schwefelsäure in den vertikalen Trockenröhren nach abwärts. So ereignet es sich dann zuweilen, dass

das unterste Bimsteinstück oder das unterste Müschelchen sich an der verengten Stelle des Rohres so einkeilen, dass ein herabrinnender Tropfen verdünnter Schwefelsäure an dem Orte der Einkeilung einen hermetischen Verschluss herstellt, so lange diessseits und jenseits der eingekeilten Partie nur ein sehr geringer Unterschied des Gasdruckes vorhanden ist. Die Folge davon ist darum so verhängnisvoll, weil man im Anfange bei der Evacuation des Gases aus dem Recipienten nicht bemerken kann, dass eine Ventilklappe da ist, welche den Uebertritt des Gases aus dem Recipienten in den Trockenraum hindert; denn so lange noch grössere Gasmengen zu evacuiren sind, überwindet ihr Druck den Widerstand des Ventils. Mit dem Kleinerwerden dieser Gasmengen sinkt der Druck schliesslich bis auf den Werth, welcher den Widerstand des Ventils nicht mehr zu überwinden vermag. Die Grösse der Gasmenge, welche für die Analyse verloren geht, hängt natürlich von dem Widerstand des Ventils ab, der sich nach Umständen sehr verschieden gestalten kann. Sie hängt ferner selbstverständlich ab von den Dimensionen des Recipienten und besonders der Trockenräume sowie von dem Orte, wo in den letzteren die Einkeilung stattgefunden hat.

Das Ueble bei diesem Mangel ist darin begründet, dass selbst ein erfahrener Beobachter nicht so leicht auf denselben aufmerksam wird, weil, ganz wie bei einer fehlerfreien Pumpe anfänglich grosse Gasmengen und später immer kleinere und kleinere erhalten werden.

Ich selbst wurde, trotz meiner vieljährigen Beschäftigung mit der Quecksilberpumpe erst durch die Analysen aufmerksam, welche mir zeigten, dass ich zu wenig Gas erhalten hatte. Nunmehr erinnerte ich mich auch, dass der Abschluss der Evacuation bei dieser Pumpe sich eigenthümlich verhalte. Bei dem wiederholten Auspumpen nehmen die Gasvolumina bis zu einer, allerdings sehr kleinen Grösse in gewöhnlicher Weise ab. Plötzlich aber kommt auch nicht die kleinste Spur von Gas mehr. Bei dem regelrechten Verhalten der Pumpe dehnt sich die Zeit, in welcher bei immer erneutem Pumpen nur noch Spuren erhalten werden, sehr lange, mindestens über eine Stunde aus, wenn man nämlich soweit geht, bis absolut keine Spur von Gas mehr zu erhalten ist. Sobald also bei der Beendigung des Evacuationsgeschäftes die jedesmal auszupumpenden Quanta auf Spuren gesunken sind, und nun plötz-

lich keine Spur von Gas mehr aus dem Recipienten zu erhalten ist, darf man mit grosser Wahrscheinlichkeit das Vorhandensein eines derartigen Hindernisses, wie das beschriebene, annehmen.

Ich bediene mich seit mehreren Decennien einer Trocken-
vorrichtung, welche die beschriebenen Mängel vollkommen ausschliesst und noch andere Vortheile bietet. Ich will desshalb die Konstruktion dieser Trockenräume veröffentlichen.

Dieselben stellen im Wesentlichen auch eine U-förmige Röhre dar, deren gebogener Theil aber beim Gebrauch oben liegt. Die beiden vertikalen Röhren A (s. Figur) tragen unten die Kugel B und communiciren mit derselben durch die verengte Stelle C. Die Kugeln B sind zur Aufnahme von Schwefelsäure bestimmt, und laufen nach unten in eine Röhre aus, welche durch den Hahn D gesperrt werden kann. Da solche Hähne, die mit Schwefelsäure in Berührung kommen, nicht immer in der Richtung der Drehung absolut sicher schliessen, wird der hermetische Verschluss durch einen Glasstöpsel E hergestellt, der in die untere Oeffnung des Glasrohrs eingeschliffen ist.

Nach oben läuft das Rohr A in den Hals F aus. In diesen ist ein kleiner Scheidetrichter G eingeschliffen, der mit Schwefelsäure gefüllt, durch den Stopfen H hermetisch geschlossen ist und einen Hahn I trägt, durch den, wenn es nöthig wird, jederzeit Schwefelsäure auf die, in A befindlichen Bimsteinstücke gespritzt werden kann. Damit nun der Gasstrom, welcher aus dem Recipienten R durch das Rohr K in die Trockenräume ein und durch das Rohr L austritt, gezwungen sei, die ganze Länge der beiden mit Bimstein gefüllten Röhren A zu durchstreichen, ist in diese das engere Glasrohr M eingeschmolzen, dessen obere gebogene Partie die Communication zwischen den beiden Röhren A herstellt, dadurch, dass die beiden, senkrecht absteigenden Schenkel des Rohres M, im Inneren der Röhre A verlaufen bis zu deren unterem Ende, um daselbst frei auszumünden.

Das Rohr K endigt in einem Schloff, auf welchen das obere Ende des Recipienten passt. Es kann durch den Hahn N von den Trockenräumen abgesperrt werden. In das Rohr K mündet ein Rohr mit dem Hahn O, welches durch einen dickwandigen Gummischlauch mit der Wasserstrahlpumpe communicirt. Wenn im Beginn des Versuches der Recipient voll atmosphärischer Luft ist, während in den Trockenräumen, wie immer, wenn die

Pumpe eben nicht benutzt wird, ein Vacuum sein soll, wobei natürlich der Hahn N geschlossen ist, so öffnet man den Hahn O und lässt die Wasserstrahlpumpe, den Recipienten vollkommen evacuiren und schliesst dann den Hahn O.

Der Recipient R kann, da er durch den Schliff K in der durch die Figur bezeichneten Weise mit den Trockenräumen communicirt, wie ein Pendel um eine horizontale Achse rotiren. Senkrecht auf der Ebene der Zeichnung entspringt aus der unteren Kugel des Recipienten der Tubus S. In diesen passt durch Schliff (diese Ansätze sind in der Figur besonders dargestellt) das Rohr U mit Hahn T. Ueber das andere Ende des Rohres U ist der Gummischlauch V gezogen, welcher den einen Schenkel eines sehr dickwandigen, T-förmigen Gummischlauches bildet. Das eingeschmolzene Glasrohr wird nun mit dem Glasmesser kreisförmig an einer Stelle stark geritzt, mit destillirtem Wasser nass gemacht und darauf in den einen Schenkel des T-förmigen Gummischlauches so eingeschoben, dass der geritzte Kreis bei X liegt. Der Gummischlauch muss, ohne dass eine Unterbindung nothwendig ist, hermetisch schliessen. Man lässt nun eine ausgekochte Lösung von Citronensäure nach Oeffnung des Hahnes Q durch das zugehörige Einflussröhrchen in den Recipienten einströmen und pumpt nach Oeffnung des Hahnes T den Recipienten mit der Citronensäurelösung bis zu dem eingeschmolzenen Rohre absolut luftleer. Ist dieser Punkt erreicht, dann zerbricht man das Rohr W bei X und zieht die beiden Fragmente etwas auseinander, so dass das eine bei X_1 und das andere bei X_2 endigt. Nun lässt man den Recipienten so rotiren, dass das bis dahin horizontal verlaufende Rohr U vertikal nach abwärts zu liegen kommt, wodurch die Citronensäure aus dem Recipienten in das eingeschmolzene Rohr W abfließt. Indem man den Recipienten bald nach der einen Richtung erhebt und bald nach der anderen, entleert und füllt sich das Rohr W. Nachdem es so wiederholt mit Citronensäure ausgespült worden ist, füllt man es aufs Neue mit der saueren Flüssigkeit an und versenkt es in ein 40° C. warmes Bad, in welches auch der Recipient mit seinem untern Abschnitt eintaucht. Nunmehr wartet man so lange, bis im Rohr W keine Spur von Gasentwicklung mehr zu beobachten ist. Hat man dann alles Gas absolut ausgepumpt, so beginnt man vom Recipienten aus das Rohr W aufs Neue auszuspülen. Man wird wieder etwas Gas erhalten.

Man fährt abermals mit dem Evacuiren fort, bis keine Spur von Gas mehr zu erhalten ist. Darauf beginnt man das Durchspülen des Rohres W aufs Neue und fährt so fort, bis kein Gas mehr zu erhalten ist. Eine sorgfältige Auspumpung dauert, wegen des Eingebackenseins der Carbonate in die angegriffene Schicht des Rohres W, immer mehrere Stunden.

Beim Gebrauch der Pumpe ist streng zu beachten, dass der Hahn P niemals geöffnet wird, wenn nicht der Hahn geschlossen ist, welcher die Trockenräume von der Leere der Quecksilberpumpe abschliesst. Niemals soll Hahn P länger, als absolut nothwendig geöffnet werden, d. h. so lang, als die Bewegung der Barometerprobe dauert. Nach Schliessung des Hahnes P ist es sehr vortheilhaft, die Trockenräume erst vollständig wieder leer zu pumpen, ehe man den Hahn P aufs Neue öffnet. Wenn die Barometerprobe hierbei, trotz vollkommener Evacuation der Trockenräume nicht auf Null zurückgeht, muss durch die Hähne I Schwefelsäure auf den Bimstein geträufelt werden, wenn nicht die Einführung der in der Schwefelsäure absorbirten Gase ausgeschlossen ist. In diesem Fall muss man sich durch Schütteln der in B enthaltenen Schwefelsäure, sowie durch Warten zu helfen suchen.

Um die letzten, kleinen Gasmengen aus der Quecksilberpumpe in das Absorptionsrohr überzuführen, schliesse man den Hahn, welcher die Trockenräume von der Quecksilberpumpe abschliesst und öffne den untern der beiden obern, bis dahin geschlossenen Hähne der Pumpe. Dadurch fällt das Quecksilber, welches sich zwischen diesen beiden Hähnen befand, nach abwärts, und alle Luftbläschen, welche mit besonderer Vorliebe sich in den obern Partien der Pumpe, insonderheit in den Hahnbohrungen festsetzen, entweichen in das grosse Vacuum. Wenn man jetzt das Quecksilber aufsteigen lässt, so dass es durch die Bohrung des geöffneten, untern Hahnes bis zum obersten emporsteigt, muss sich alles Gas unter dem letztern ansammeln und wird nun nach Oeffnen dieses letztern in das Absorptionsrohr übergetrieben, worauf sofort die beiden oberen Hähne wieder geschlossen werden. Es ist klar, dass jetzt Luftbläschen nur noch in dem obersten der beiden Hähne und dem Gasableitungsrohr kleben können und durch Wiederholung des beschriebenen Verfahrens beseitigt werden müssen.

