10. *Poröse Körper als Durchwege für Gase.*
Poröser Kontakt; von K. Prytz.

Will man sich bei der Herstellung von Röhrenverbindungen in Arbeiten mit der Quecksilberluftpumpe vor Verunreinigungen der Gase und vor mangelhafter Dichtung sichern, so hat man das ganz zuverlässige Mittel: die Verbindungen durch Zusammenschmelzen von Glasröhren herzustellen. Dieses ziemlich mühsame Verfahren kann jedoch nicht verwendet werden, wenn man zwei schon verschlossene Behälter, welche nicht vor der Verbindung geöffnet werden dürfen, verbinden muß, oder wenn man eine Verbindung zeitweilig unterbrechen muß, oder wenn man mit Röhren von ungleichen Materialien zu tun hat (z. B. Glas und Quarz). Ich habe gefunden, daß man in solchen Fällen, wo es kein wesentlicher Übelstand ist, daß die Gase relativ langsam hindurchströmen, die gegenseitige Berührung zwischen zwei porösen Körpern unter Quecksilber zur Herstellung von Gasverbindungen mit Vorteil verwenden kann. Die Poren müssen so eng sein, daß das Quecksilber nicht bei dem Überdruck einer Atmosphäre hineindringt; übrigens wird man sie möglichst weit wünschen. Bisher habe ich Chamotte, wie man es in den Deckeln der Verbrennungsöfen vorfindet, am geeignetsten gefunden. Die Verwendung von Gips oder Zement ist mit Rücksicht auf den Wasserinhalt nicht ratsam.

Das Prinzip des Verfahrens ist aus Fig. 1 ersichtlich. Unterhalb der trichterförmigen Erweiterung des Rohres r_1 ist ein Chamottestöpsel mittels Siegellack festgekittet, in die Erweiterung wird Quecksilber gegossen. Das Rohr r_2 , welches unten durch einen gleichen, ein wenig aus dem Rohre hervorragenden Stöpsel verschlossen ist, wird in das Quecksilber des Trichters herabgeführt und wird oben mit der Luftpumpe verbunden. Das Quecksilber dringt nach dem Evakuieren nicht hinein; wenn man aber die beiden Stöpsel gegeneinander drückt, wird eine Gasverbindung zwischen den beiden Röhren r_1 und r_2 hergestellt, was dadurch kennbar wird, daß das Quecksilber in

in r_1 emporsteigt. Die Gasverbindung ist völlig zuverlässig: sie wird geschlossen, sobald die beiden Stöpsel gegeneinander gedrückt werden, und sie wird selbstverständlich augenblicklich nach der Trennung unterbrochen.

Fig. 1.

Der Umstand, daß man so die Verbindung zwischen zwei Gasbehältern mittels poröser Kontaktkörper nach Belieben schließen oder unterbrechen kann, macht es in vielen Fällen möglich, Schwierigkeiten verschiedener Art, welche die Verwendung von anderen Mitteln zur Gasverbindung oder von Hähnen herbeiführen kann, zu entgehen. Soll ein Rohr mit einem porösen Stöpsel versehen werden, wird der letztere einigermaßen zylindrisch und wenig kleiner als zum Ausfüllen des Rohres geformt. Man bedeckt die Innenseite der Röhrenmündung mit einer dünnen Schicht von Siegelack. Der zylindrische Teil der Oberfläche des Stöpsels wird mit einer dickeren Schicht überzogen, indem man im voraus den Stöpsel erwärmt, doch nicht zu stark, damit der Lack nicht in die Poren hineindringt. Wenn der Lack kalt geworden ist, wird das Ende des Stöpsels in die Röhrenmündung hineingeführt; indem beide zum Weichwerden des Lackes erwärmt werden, wird der Stöpsel zur erwünschten Tiefe hineingedrückt. Ich habe bisher keine Übelstände von der Verwendung des Siegelackes bemerkt, er wird aber ohne Zweifel mit einem anorganischen Kittemittel ersetzt werden können. In gewissen Fällen kann man zweckmäßig das

Rohr so mit einem porösen Stöpsel versehen, daß man den letzteren in die Verlängerung des Rohres mittels eines kurzen Stückes Kautschukschlauches anbringt; dies ist z. B. dann zu empfehlen, wenn man, nachdem man den Stöpsel verwendet hat, Quecksilber in den Raum hineinbringen will, welches dadurch ermöglicht wird, daß man mit dem Stöpsel unterhalb

des Quecksilbers entweder den Schlauch und somit den Stöpsel entfernt oder den Schlauch durchlöchert.

Der Zusatz, welchen die Quecksilberpumpe erhält, wenn sie für Verbindungen mittels porösen Kontaktes eingerichtet wird, ist in Fig. 2 ersichtlich. B ist ein Gefäß von Glas, ca. 7 cm weit, in dessen verengten unteren Teil eine ca. 1 cm dicke Chamotteplatte p_1 mittels Siegelackes festgekittet ist. Ins Gefäß wird Quecksilber bis ca. 3,5 cm Höhe gefüllt. Vom Boden des Gefäßes ist ein Rohr, welches bei A Verbindung mit der Luftpumpe hat, abwärts geführt; unten ist es durch einen Chamottestöpsel, welcher immer in Quecksilber taucht, geschlossen. Die Platte p_1 dient zum Evakuieren eines nach unten gekehrten, mit porösem Stöpsel verschlossenen Rohres, z. B., wie in der Figur gezeigt, eines Spektralrohres (oder auch mehrerer Röhren auf einmal). Ist ein Rohr evakuiert worden, wird es von der Pumpe auf die Weise getrennt, daß man ein mit Quecksilber gefülltes Näpfchen ins Gefäß eintaucht. Nachdem man die Röhrenmündung unterhalb des Quecksilbers in das Näpfchen eingeführt hat, werden das Rohr und das Näpfchen zusammen aufgehoben. Hat man mit Spektralröhren zu tun, muß man die am Boden und an den Seiten des Näpfchens anhaftenden Luftbläschen entfernen, entweder mittels eines kurzdauernden Siedens des Quecksilbers, oder mittels des Bestreichens des Bodens und der Seitenwände mit einem evakuierten, porösen Stöpsel; wenn möglich vermeide man die Berührung des Stöpsels des Spektralrohres mit dem Rand des Näpfchens.

Fig. 2.

Behälter, dessen Hohlraum durch einen aufwärts gekehrten Stöpsel zugänglich ist, werden mittels des Stöpsels p_2 in Fig 2 evakuiert. Ein solcher Behälter ist mit einer Erweiterung für das sperrende Quecksilber oberhalb des porösen Stöpsels versehen.

Das Evakuieren durch die porösen Stöpsel geht natürlich relativ langsam, solange man mit größeren Drucken des Gases zu tun hat. Zwei Chamottestöpsel mit den Durchmessern 8 mm und 6 mm und mit ungefähr den gleichen Höhen gaben, jeder für sich in einer Röhrenverbindung eingeschaltet, 160 cm^3 bez. 66 cm^3 Luft pro Minute zufolge einer Druckdifferenz von 65 cm Quecksilberhöhe. Beide in Serie in derselben Röhrenverbindung eingeschaltet gaben 46 cm^3 . Die beiden Stöpsel wurden dann, wie es in Fig. 1 angedeutet ist, angebracht; sie gaben mit derselben Differenz 17 cm^3 , wenn sie gegeneinander gedrückt wurden; die Luft hatte also in diesem Falle, außer den in Serie angebrachten Stöpseln, noch die Kontaktstelle zu passieren; der Übergangswiderstand setzte somit die Geschwindigkeit im Verhältnisse 46:17 herab.

Die kleine Durchströmungsgeschwindigkeit wird doch von untergeordneter Bedeutung, wenn man mit der Fallluftpumpe arbeitet, weil dieser Apparat selber langsam bei den größeren Gasdrucken arbeitet. Man kann mit porösem Kontakt wegen der Bequemheit, mit welcher man die Verbindung unterbricht bez. wieder herstellt, sehr leicht ein Vorpumpen mit der Wasserluftpumpe vornehmen. Der Zeitfrage gegenüber muß es erinnert werden, daß das Zeitraubende bei den Arbeiten mit der Quecksilberpumpe gewöhnlich das Pumpen bei den sehr kleinen Drucken ist, und es zeigt sich, daß eben bei diesen die Gase *auffallend schnell durch die porösen Stöpsel gehen*, welches durch das Herabsetzen der inneren Reibung erklärt wird. Ein Spektralrohr, welches vor dem Anbringen des Chamottestöpsels ausgetrocknet und mit Phosphorsäureanhydrid im Zuleitungsrohre versehen worden ist, kann mit porösem Kontakt in 1—2 Stunden vollständig entleert werden; bei nachfolgendem Hineinlassen von wasserstofffreien Gasen erscheint das Rohr vollständig von Wasserstofflinien und Kohlenoxydbändern frei. Die Dichtigkeit der Sperrung mittels Quecksilbers über den porösen Stöpsel hat sich monatelang bewährt.

Das langsame Durchströmen wird ganz ohne Bedeutung, wenn man wie in Arbeiten mit Spektralröhren mit kleinen Gasmengen arbeitet. Hat man nur kleine Mengen zur Disposition, bietet die poröse Kontaktverbindung den wesentlichen Vorteil dar, daß die Verbindungsglieder wenig Platz aufnehmen

und nur kleine oder gar keine schädliche Räume mit sich führen. Der Verlust an Gas beim Schließen oder Unterbrechung einer Verbindung wird daher ein minimaler, und man wird ihm in den meisten Fällen ganz entgehen können, weil man sehr leicht Luftpumpenverbindung mit einem Raum, welcher durch einen porösen Kontaktkörper unter Quecksilber abgesperrt ist, herstellen kann.

Bei den Arbeiten mit Spektralröhren ist das langsame Durchströmen gewöhnlich ein Vorteil; demzufolge kann man nämlich mit der porösen Kontaktverbindung die Zuleitung oder das Entfernen des Gases viel besser als mit Röhrenverbindungen und Hähnen beherrschen. Begrenzt man die Berührung zwischen den beiden Kontaktkörpern zu einem kurzdauernden, leisen Streifen, wird die übergeführte Gasmenge eine minimale sein.

Die Leichtigkeit, mit welcher man eine poröse Kontaktverbindung unterbricht, macht die Arbeit mehr als gewöhnlich von der Pumpe unabhängig. Hat man in gewöhnlicher Weise ein Spektralrohr zwecks seiner Evakuierung mit der Pumpe verbunden, wird gewöhnlich auch darauf hingewiesen sein, den Behälter mit dem zu untersuchenden Gase mit der Pumpe zu verbinden; will man das Spektrum bei verschiedenen Drucken des Gases untersuchen, muß man weiter das Spektroskop in unmittelbarer Nähe der Pumpe aufstellen und verwenden, was öfters unbequem ist. Mit poröser Kontaktverbindung dagegen kann man nach dem Evakuieren des Rohres dieses und den Gasbehälter in das Dunkelzimmer zum bequemen Aufstellen für das Spektroskop hineinführen, ohne bei der weiteren Arbeit von der Pumpe abhängig zu sein.

Zwecks der Darstellung von Emanation durch das Glühen von Radiumbromid habe ich letzteres in ein kleines Reagenzglas, r in Fig. 3, Höhe 8,5 cm, Weite 4 mm, aus Quarz angebracht. Um r mit dem mit der Pumpe verbundenen Rohr, wo die Emanation kondensiert werden sollte, in Verbindung

Fig. 3.

zu setzen, wurde ein kleiner Chamottestöpsel p_1 in die Mündung von r festgekittet. In ein mittels eines Kautschukstöpsels mit r verbundenes weiteres Glasrohr R wurde Quecksilber gegossen, und hier wurde das mit dem Stöpsel p_2 versehene Zuleitungsrohr s hineingeführt. Nachdem das Quarzrohr evakuiert und dann mit Wasserstoff bis zu ca. $\frac{1}{2}$ Atmosphärendruck gefüllt worden war, wurde die Berührung zwischen p_1 und p_2 unterbrochen, und das Radiumpräparat wurde durch eine ganz kleine Flamme zum Glühen erhitzt. Hiernach wurde wieder Kontakt zwischen p_1 und p_2 geschlossen, und der emanationshaltige Wasserstoff wurde durch das in flüssiger Luft gekühlte Kondensationsrohr herausgezogen. Es ist zur Sicherung einer vollständigen Kondensation der Emanation hier ein Vorteil, daß das Gas nur langsam durch die beiden Stöpsel strömt. Nach dem Evakuieren wird Rr entfernt, während man mit der

Emanation weiter arbeitet. Das Quarzrohr steht zum nächsten Versuche vollkommen dicht verschlossen da.

Man kann einen porösen Kontaktkörper allein, ohne es in Verbindung mit irgend einem Hohlraum zu haben, als Gasbehälter zum Abmessen von unbegrenzt kleinen Luftmengen verwenden. k ist in Fig. 4 ein kleiner Chamottekörper, welcher in einer Schicht von Siegellack im Boden eines mit Quecksilber gefüllten Gefäßes befestigt ist; es wird als Gasometer so verwendet: Zuerst werden die Poren von k mittels einer kurzdauernden Berührung mit dem Stöpsel p_2 in Fig. 2, während die Pumpe arbeitet, evakuiert; darauf wird ein mit porösem Stöpsel geschlossener, das zu untersuchende Gas enthaltender Behälter T (Fig. 4) ins Gefäß angebracht. Drückt man den Stöpsel des T gegen k , werden die Poren

Fig. 4.

des letzteren sich mit dem Gase bis zum Drucke im Behälter füllen; hiernach kann k seinen Inhalt z. B. an ein evakuiertes

Spektralrohr, welches wie S in der Figur im Quecksilber des Gefäßes angebracht ist, abgeben. Auf diese Weise haben Hr. Th. Thorkelsson und ich die Entwicklung eines Spektrums untersucht, welche dadurch bedingt war, daß das Spektralrohr eine Reihe von konstanten Zuführungen eines Gemisches von Argon und Helium bekam. Man wird die Kapazität des Gasometers, welche wegen der Adhäsion etwas verschieden für verschiedene Gase sein kann, für ein gegebenes Gas messen können, wenn man die Poren mit dem Gas bei bekanntem Druck und Temperatur erfüllt und darauf mittels der Quecksilberpumpe den Inhalt in ein Meßrohr überführt; werden die beiden Operationen hinlänglich häufig wiederholt, kann man ohne großen Zeitverlust eine so große Gasmenge überführen, daß man sie im Meßrohr gut bestimmen kann.

Zum Aufsammeln eines Gases über Quecksilber wird ein Rohr von der in Fig. 5 dargestellten Form verwendet. In der Einschnürung ist ein poröser Stöpsel p festgekittet; ins Gefäß oberhalb des Stöpsels gießt man Quecksilber; das Gefäß muß so weit sein, daß man ohne Schwierigkeit ein mit seinem Quecksilbernäpfchen versehenes und mit porösem Stöpsel verschlossenes Rohr r unterhalb der Quecksilberoberfläche des Gefäßes vom Näpfchen auslösen kann. Der Raum R unterhalb des Stöpsels p wird von unten mit Quecksilber gefüllt, indem man die Luft in R durch die beiden Stöpsel und das Rohr r entfernt. Das Gas wird entweder gewöhnlicherweise von unten her oder mittels porösen Kontaktes von oben zugeführt.

Um das Gas aus einem gewöhnlichen Aufsammelglas herauszunehmen, habe ich, wie es aus Fig. 6 hervorgeht, verfahren. Das porös geschlossene Rohr a mit dem als Handhabe dienenden Stiel s wird evakuiert und unter Quecksilber in einem Troge zusammen mit dem Aufsammelglas G angebracht. Wird a in G hineingeführt, bis der Stöpsel oberhalb des Quecksilbers in G erscheint, so sieht man, daß das

Fig. 5.

abgesperrte Gas schnell von *a* hineingenommen wird; man kann so das Gas sehr vollständig entfernen, da das kleinste Bläschen zwischen Quecksilber und Glas bei der Berührung mit dem Stöpsel verschwindet.

Fig. 6.

Zum Entfernen des Stickstoffs von einem Gemische von diesem Gase mit Edelgasen habe ich den in Fig. 7 dargestellten Absorptionsapparat eingerichtet. Jedes Ende eines dickwandigen, 37 cm langen, 0,9 cm weiten

Stahlrohres *R* wird in ein viel weiteres Knierohr hineingeschraubt, nachdem es mit einem leicht abnehmbaren, porösen Stöpsel *p* geschlossen worden ist. In die Knieröhre wird Quecksilber gegossen. Der Stöpsel *p* ist so gebildet, daß man leicht poröse Kontaktverbindung zwischen ihm und einem ins Quecksilber hineingetauchten Rohr herstellt. Bevor das Stahlrohr geschlossen wird, füllt man ein Gemisch von Mg, CaO und Na hinein. Nachher wird es in einem Verbrennungsofen angebracht, wo es, nachdem

Fig. 7.

die Luft mittels der Wasserluftpumpe durch die Stöpsel ausgepumpt worden ist, zur hellen Rotglut erwärmt wird, während die aus dem Ofen herausragenden Enden mittels strömenden Wassers gekühlt werden. Hierdurch wird der Rest von N und O absorbiert.

Darauf wird der das Gasgemisch enthaltende Behälter mit dem ins Quecksilber eintauchenden Rohre verbunden; werden die beiden Stöpsel gegeneinander gedrückt, so strömt das Gemisch ins Rohr hinein, indem der Stickstoff absorbiert wird. Der Rest von Edelgasen im Stahlrohr wird mittels der Quecksilberpumpe herausgenommen

und in einem Aufsammlerglas übergeführt. Hr. Th. Thorkelsson und ich haben auf diese Weise Argon und Helium in Gasen von mehreren isländischen heißen Quellen, welche Hr. Thorkelsson im Sommer 1904 besucht hatte, isoliert. Die Vorteile, welche die Verwendung vom porösen Kontakt hier mit sich führt, sind die folgenden: Die Dichtigkeit ist vollkommen; die Röhren für Zu- oder Ableitung werden leicht im voraus evakuiert, und die verschiedenen nacheinanderfolgenden Verbindungen werden leicht gewechselt ohne Verlust an Gas und ohne daß fremde Gase hineintreten können.

Läßt man ein Gemisch von Gasen einen porösen Körper durchströmen, muß man darauf aufmerksam sein, daß die verschiedenen Komponenten mit verschiedener Geschwindigkeit hindurchgehen können. Hieraus folgt, daß das Mischungsverhältnis verändert werden kann, wenn man nicht das ganze Gasquantum hindurchsendet. Die Ungleichheit der Geschwindigkeit verschiedener Gase wird nützlich, wenn man eine *Trennung mittels Diffusion* der Gase ungleicher Dichte beabsichtigt. Diese

Fig. 8.

sonst recht mühsame Operation wird bedeutend erleichtert bei der Verwendung des porösen Kontaktes unterhalb des Quecksilbers, weil man wegen der Leichtigkeit des Schließens oder des Unterbrechens des Kontaktes in kurzer Zeit eine vielmal fraktionierte Filtrierung durch Diffusion von einem Gasgemische vornehmen kann, besonders wenn man mit den kleinen Mengen, welche man in einem Spektralrohr braucht, zu tun hat. In der oben genannten Untersuchung von isländischen Quellgasen wurde das Gemisch von Helium mit einer relativ großen Menge von Argon durch Diffusion mit der Absicht filtriert, das Helium

mit Sicherheit spektroskopisch nachzuweisen. Das Gemisch war in dem porös geschlossenen Rohr *A* (Fig. 8) enthalten. Zum Gebrauch bei der Diffusion wurden die beiden Diffusionsgefäße *B* und *D* verfertigt. Jedes derselben hat unten einen

Fig. 9.

Fig. 10.

kleinen Gasraum unterhalb einer Terrakottaplatte *t*, welche oben im engeren Teil des Gefäßes festgekittet ist; oberhalb der Platte ist Quecksilber. Terrakotta wurde wegen der Feinheit seiner Poren gewählt. Weiter wurde das mit einem Terrakottastöpsel verschlossene Rohr *C* hergestellt. Nachdem die Gasräume von *B*, *C* und *D* evakuiert worden sind, fängt die Filtrierung damit an, daß man den Gasbehälter *A* in *B* anbringt; es wird dann eine Reihe kurzdauernder Berührungen zwischen dem Stöpsel von *A* und der Patte *t*₁ vorgenommen. Nachdem *A* entfernt und *C* in *B* angebracht worden ist, wird die zweite Filtrierung durch kurzdauernde Berührungen zwischen dem Stöpsel *C* und der Platte *t*₁ ausgeführt. *C* wird nun mit seinem Filtrat in *D* überführt; hier wird die dritte Filtrierung vorgenommen. Schließlich wird eine vierte Filtrierung bei dem Einnehmen des Gases von *D* in das Spektralrohr mittels porösen Kontaktes ausgeführt.

Zum Schluß werde ich noch zwei Verwendungen, welche ich von den porösen Stöpseln gemacht habe, erwähnen. Fig. 9 zeigt, wie ein Barometer hergestellt werden kann. Der eine Ast eines gebogenen Rohres ist unterhalb einer Erweiterung durch einen Chamottestöpsel geschlossen; der andere Ast ist mit einem Quecksilberreservoir in Verbindung; gießt man Quecksilber in die Erweiterung, kann man das Rohr mittels der Quecksilberpumpe evakuieren, eventuell in Verbindung mit einer Erwärmung des

größten Teiles des Rohres. Nach dem Evakuieren läßt man das Quecksilber des Reservoirs ins Rohr hinüberfließen. Durch angebundenes Leder wird das die Erweiterung ganz ausfüllende Quecksilber gegen Abfließen gesichert. Das Barometer hat den Vorteil, daß man es zu jeder Zeit leicht aufs neue durch den Stöpsel evakuieren kann.

Fig. 10 zeigt eine Anordnung zum genauen Abmessen einer gegebenen Menge von Quecksilber. Ein Glasrohr wird am einen Ende zu einer feinen Spitze ausgezogen; das andere Ende wird mittels eines Stöpsels von Gips geschlossen. Steckt man die Spitze in Quecksilber, während ein über das andere Ende geschobener Schlauch mit der Wasserluftpumpe verbunden wird, so steigt das Quecksilber ins Rohr hinauf, bis es vom Gips zurückgehalten wird. Das Rohr wird aus dem Gefäß emporgehoben, während das Vakuum in den Poren des Gipses noch vorhanden ist; nachher kann man oben Luft hineinsenden, ohne daß Quecksilber austritt. Durch einen angemessenen Überdruck wird die ganze Menge ausgetrieben.

Kopenhagen, September 1905.

(Eingegangen 28. September 1905.)