

Kurze Originalmitteilungen

Für die Kurzen Originalmitteilungen sind ausschließlich die Verfasser verantwortlich

Glimmentladungslampe für spektralanalytische Routinemessungen

W. GRIMM

Laboratorium der Vacuumschmelze GmbH, Hanau

Mit dieser kombinierten Glimm- und Hohlkathoden-Entladungslampe für die Emissionsspektralanalyse können scheibenförmige Proben und Bänder noch in hohen Konzentrationen in weniger als 2 min analysiert werden.

Wie Fig. 1 zeigt, reicht der mit einem Rohrstützen versehene Anodenkörper bis auf 0,2 mm an die scheibenförmige Probe. Die Probe, die elektrisch leitend sein muß, wird gegen den wassergekühlten Kathodenkörper gepreßt. Eine Teflon-Scheibe isoliert Anoden- und Kathodenkörper gegeneinander.

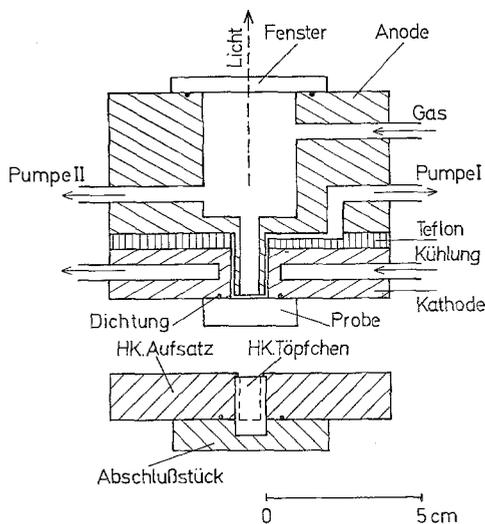


Fig. 1. Glimmentladungslampe mit Hohlkathodenaufsatz

Der Zwischenraum wird von der Vakuumpumpe I so gut evakuiert, daß keine Glimmentladung entstehen kann. Der Arbeitsdruck wird durch das kontinuierlich strömende Trägergas mit der Vakuumpumpe II aufrechterhalten. Ein Quarzfenster schließt die Lampe zum Spektrographen hin ab. Alle Metallteile sind aus einer Kupfer-Beryllium-Legierung (Cu-2 Be der VAC GmbH, Hanau) gefertigt*. Bei einem Arbeitsdruck zwischen 6 und 15 Torr und Stromstärken bis 0,4 Ampere (die Spannung kann dann 3000 V betragen) bildet sich über der auf Kathodenpotential liegenden Probe ein Kathodenglimmlicht hoher Lichtstärke aus, das durch die Bohrung des Anodenstützens begrenzt wird. Quantitative Vollanalysen von Ni-Fe-Proben mit Argon als Trägergas ergaben auf einem Spektrometer** für beide Hauptbestandteile eine relative Standardabweichung von 0,7%. Enthaltene Silicium konnte bis herab zu 20 ppm erfaßt werden. Die Einbrennzeit betrug 30 sec und die Integrationszeit 20 sec. Die Entladungsparameter waren 12 Torr und 0,2 Ampere.

Soll die Glimmentladungslampe als Hohlkathodenlampe benutzt werden, so wird an Stelle der Probe der Hohlkathodenaufsatz auf den Kathodenkörper geschraubt. Pulver und Späne werden in einem töpfchenförmigen Einsatz analysiert. Die Rückseite bildet das vakuumdichte Abschlußstück. Für scheibenförmige Proben und Bänder werden an Stelle der Töpfchen Röhrrchen verwendet; den Abschluß bildet dann die zu analysierende Probe. Die Hohlkathodenlampe kann mit einem gut wärmeleitenden Einsatz bis 2 A belastet werden. Die relative Standardabweichung liegt mit über 2% schlechter als bei der Glimmentladungslampe. Die Ursachen dürften in leicht variierendem Röhrrchenmaterial zu suchen sein.

Eingegangen am 2. August 1967

* Die Firma RSV-Präzisionsmeßgeräte GmbH in Hechendorf hat die Herstellung der Lampen übernommen. — ** 1,5 m-Gitter-Spektrometer der Fa. RSV.

Erzeugung von Konzentrationszonen in hochviskosen Lösungen polymerer Stoffe

W. SCHAAFFS

Technische Universität, Fak. II, Abt. Physik, und Fak. IX, Institut für technische Akustik, Berlin 12

In drei kurzen [1] und drei ausführlichen Darstellungen [2] wurde gezeigt, daß die Überlagerung eines durch Diffusion hergestellten monotonen Konzentrationsgefälles mit einem Wärmegefälle zur Bildung rhythmisch aufeinander folgender Zonen erhöhter und verminderter Konzentration und Dichte führt. Dieser „Konzentrationszoneneffekt“ läßt sich in besonders einfacher Weise an hochviskosen und hochpolymeren Flüssigkeiten studieren.

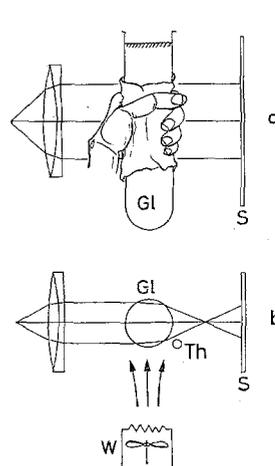


Fig. 1 a u. b

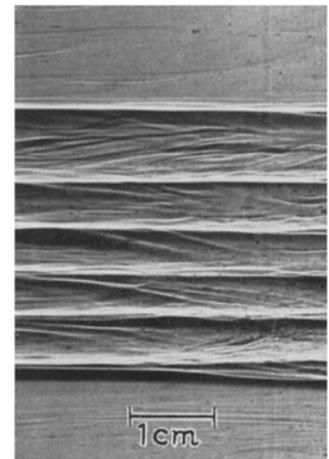


Fig. 2

Fig. 1. a) Erzeugung des Effekts durch Reibung; Seitenansicht, b) Erzeugung des Effekts durch Wärmeströmung; Aufsicht

Fig. 2. Effekt in einer Diffusionsstrecke von Polyglykol 20000 in Chloroform

Man stelle sich in einer Glasröhre Gl von 25 cm Länge und 4,5 cm Weite durch Diffusion ein Konzentrationsgefälle her, beispielsweise von Polyglykol des Molekulargewichts 20000 in Chloroform und projiziere Gl in der bekannten Weise auf den Schirm S. Das Konzentrationsgefälle stellt man sich am schnellsten dadurch her, daß man nach Überschichtung der beiden Substanzen den mittleren Bereich mit einem Rührer durchwirbelt und abwartet, bis das Gefälle durch Diffusion monoton geworden ist. Es ist zweckmäßig, aber nicht notwendig, daß oben und unten noch reiner Substanzanteil vorhanden ist. Dann reibt man (Fig. 1a) etwa 3 min die Glasröhre lose mit einem seidenen Tuch oder setzt sie (Fig. 1b) dem schwachen Luftstrom eines Wärmefächers W aus, der ihre Umgebungstemperatur um 1—2 °C erhöht. Dadurch wird an der Innenwand der Glasröhre eine zunächst laminare Strömung ausgelöst, welche durch die Instabilität des Konzentrationsgefälles gegenüber Bewegungen sofort in Turbulenz umschlägt. Diese Turbulenz führt zur Bildung rhythmisch aufeinander folgender und senkrecht zur Röhrenachse liegender Grenzschichten des Konzentrationszoneneffekts. Fig. 2 zeigt als Beispiel den nach der Methodik Fig. 1b innerhalb von 10 min in einer Diffusionsstrecke von Polyglykol 20000 erzielten Effekt. Voraussetzung für das gute Gelingen des Versuches ist ein kleines Wärmeleitvermögen von Glas und Flüssigkeit. Für die Ausbildung der Konzentrationszonen sind an der Innenwand von Gl nur einige Zehntel Grade erforderlich. Diese Versuche sind, besonders in der Form nach Fig. 1a, zur Demonstration in einer Vorlesung gut geeignet.

Für die Deutung und Beurteilung biologischer und bioklimatischer Vorgänge, auf die temperierte Windströmungen sowie tageszeitliche und jahreszeitliche Wärmeschwankungen einen