

Az analitikai eljárás leírása

Kémszerek:

3 mólos nátrium-perklorát-oldat,
ismert töménységű kobalt(II)-nitrát-oldat,
kálium-jodid p. a.,
0,1 mólos alkoholos dimetil-glioxim-oldat,
0,1 mólos nátrium-tioszulfát-oldat,
2 n és 0,1 n nátronlúg.

Műszerek:

A p_H -mérést Orion KTS gyártmányú p_H -mérővel és Metrohm kombinált üvegelektóddal végeztük. A polarogramokat Radiometer PO 3 típusú polarográfal vettük fel.

Eljárás:

A vizsgálandó (kobaltot és nikkelt) tartalmazó anyagból olyan törzsoldatot készítettünk, amelynek kobalttartalma 0,6–10 mg/100 ml. Ebből 10,0 ml-t 10 ml 3 mólos nátrium-perklorát-oldattal és 10 ml 0,1 mólos alkoholos dimetil-glioxim-oldattal együtt főzőpohárba pipettáztunk, majd a kémhatását nátronlúggal $p_H \approx 6$ -ra állítottuk be. A kivált nikkelt(II)-dimetil-glioxim-csapadékot szűrővel vagy centrifugálással eltávolítottuk. A csapadékot desztillált vízzel mostuk, míg 100 ml szűrlet összegyűlt. A kapott elegyet hidrogéngáz átbuborékolásával történő oxigénmentesítés után polarográfiásan mértük. Ezután az előbbivel azonos összetételű reakcióelegyhez az ismert töménységű kobalt-oldatból olyan mennyiséget mértünk, hogy a kapott polarogramon a kobalt lépcsőmagassága kb. kétszerese legyen az előbb mért értéknek. A lépcsőmagasság növekedéséből és a hozzáadott kobalt ismert mennyiségéből az eredeti oldat kobalttartalma kiszámítható.

Ha réz is van a vizsgálandó anyagban, akkor a dimetil-glioxim hozzáadása előtt kálium-jodidot oldunk az elegyben, majd a kiváló jódot 0,1 mólos nátrium-tioszulfát-oldattal redukáljuk. Ezután adjuk hozzá a dimetil-glioximot és állítjuk be a kémhatást. A továbbiakban fentiek szerint járunk el.

Ha a reakcióelegy nikkeltartalmát is meg kell határozni, a nikkelt-dimetil-glioxim-csapadékot centrifugálásal választjuk el az oldattól. A centrifugált és kimosott csapadékot 0,1 n sósavban oldjuk. (A sósavval lapos fenekű üvegsészébe mossuk át a csapadékot és üvegpisztillussal dörzsölgetjük, míg a sósavban teljesen feloldódik.) Ezután az oldatot desztillált vízzel, illetve sósavval annyira hígítjuk, hogy kb. 5–15 γ /ml nikkelt tartalmazzon és kémhatása $p_H \approx 1,5$ –2 legyen. A nikkeltartalom kiértékelése ismert mennyiségű nikkelt(II)-szulfát hozzáadása után itt is addíciós módszerrel történik (2. táblázat).

Összefoglalás

A szerzők megvizsgálták a dimetil-glioxim és átmenetifém-komplexei viselkedését a csepegő higanyelektrodon.

Megállapították, hogy 1. a dm-g egyszer és kétszer protonált pozitív töltésű formája redukálódik az elektrodon; 2. $p_H = 6$ kémhatású pufferolt oldatban a dm-g katalizálja a hidrogénleválást; 3. az adott potenciálintervallumban a réz(II)komplex redukciós lépcsője és a kobalt(II)komplex katalitikus lépcsője jelentkezik.

A szerzők eljárást dolgoztak ki a kobalt és nikkelt meghatározására egymás mellett.

The polarographic behaviour of dimethylglyoxime and its transitional metal complexes. Determination of nickel and cobalt. K. Burger, Gy. Syrek and Gy. Farsang

The behaviour of dimethylglyoxime (dm-g) and its transition metal complexes on the dropping mercury electrode has been investigated.

It has been found that (1) the once and twice protonated positively charged form of dm-g is reduced on the electrode; (2) hydrogen ion discharge is catalyzed by dm-g in a buffered solution of $p_H = 6$; (3) in the given potential range the reduction wave of copper(II) complex and the catalytic hydrogen wave of cobalt(II) complex appear (the other investigated dm-g complexes were found to be polarographically inactive).

A method has been developed for the determination of cobalt and nickel in the presence of each other.

Budapest, Eötvös Loránd Tudományegyetem Szervet- és Analitikai-Kémiai Tanszéke.
Érkezett: 1965. XII. 18.

Szerves reagensek alkalmazásának néhány elméleti és gyakorlati kérdéséről, IX.

Átmenetifémek o-kinon-dioxim-komplexeinek vizsgálata

BURGER KÁLMÁN és RUFF IMRE

Az o-kinon-dioxim Feigl^{1,2} szerint a többi dioximtól eltérően az átmenetifémionokkal nem komplexeket, hanem vízben oldhatatlan sókat képez. Az o-kinon-dioxim e reakcióban kétfázisú savként viselkedik. A csapadékok összetétele és szerkezete azonban eddig nem képezte vizsgálat tárgyát. Tekintettel arra, hogy az eddig tanulmányozott dioximok átmenetifém-komplexei ana-

lóg összetételű kelátoknak bizonyultak³ és semmilyen elvi megfontolás nem látszik indokolni az o-kinon-dioximnak a többi dioximtól alapvetően különböző viselkedését, célul tűztük ki a vegyületnek és átmenetifémekkel képezett komplexeinek vizsgálatát.

I. A komplexek összetétele és szerkezete

Az o-kinon-dioxim szilárd állapotban előállított vas(II)-, kobalt(II)-, nikkelt(II)- és réz(II)-

³ D. Dyrssen: Svensk Kemisk Tidskrift, 75. 12. 1963.

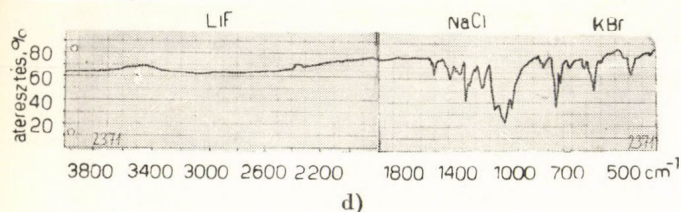
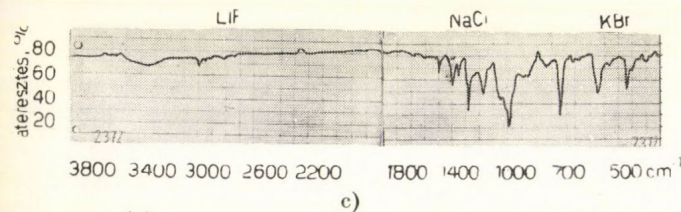
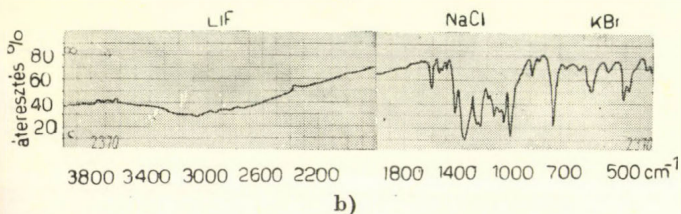
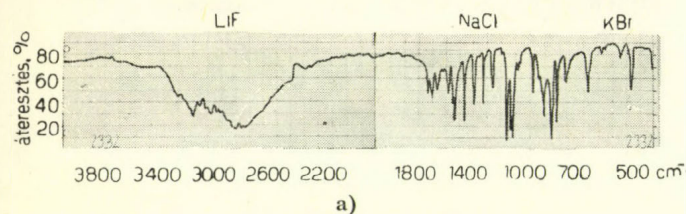
¹ F. Feigl: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 8. 401. 1936.

² F. Feigl: Chemistry of specific, selective and sensitive reactions. New York, 1949.

I. táblázat

Az o-kinon-dioxim-komplexek analízisének eredményei

Komplex	C%		H%		N%		Me%	
	Számított	Mért	Számított	Mért	Számított	Mért	Számított	Mért
FeC ₁₂ H ₁₀ O ₄ N ₄	43,66	43,4	3,05	3,1	16,97	17,0	16,92	16,9
CoC ₁₂ H ₁₀ O ₄ N ₄	43,26	43,2	3,02	3,2	16,81	16,6	17,69	17,5
NiC ₁₂ H ₁₀ O ₄ N ₄	43,29	43,2	3,03	3,1	16,82	16,6	17,63	17,4
CuC ₁₂ H ₁₀ O ₄ N ₄	42,67	42,7	2,98	3,0	16,58	16,4	18,81	18,6

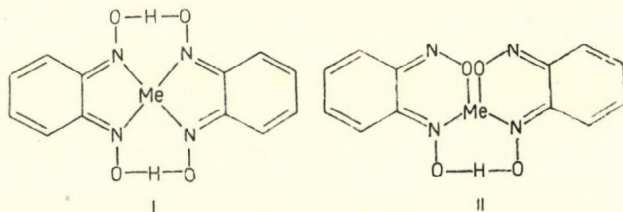


1. ábra

Az o-kinon-dioxim és komplexei infravörös spektrumai a) a ligandum, b) a kobalt(II)-, c) nikk(II)-, d) a réz(II)-komplex spektruma

komplexének összetétele az elemanalízis adatai (1. táblázat) szerint MeA₂ (ahol A az o-kinon-dioximát aniont jelöli).

A komplexek infravörös spektrumai (1. ábra) a dimetil-glioxim-komplexekével⁴ analóg erős intramolekuláris hidrogénhidak jelenlétét mutatják. A széles kis intenzitású OH-sáv a komplexek spektrumában azt bizonyítja, hogy az oximcsoportok oxigénjeit olyan igen erős hidrogénhidak kötik össze, amelyek hattagú gyűrűben helyezkednek el. Az erős, kis polaritású hidrogénhid jelenléte azt is mutatja, hogy a központi atomhoz kapcsolódó két ligandum egy síkban vagy közel egy síkban helyezkedik el. A komplexek szerkezetét tehát az alábbi két képlet egyike írja le helyesen:



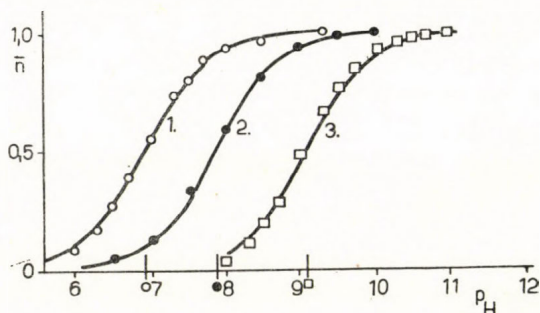
A II képlettel jelölt szerkezet kialakulása 3 proton ledisszociálása közben menne végbe. Az infravörös mérésekhez szilárd állapotban előállított komplex nátriumsó lenne. A komplexek analízise azonban egyértelműen bizonyítja a komplexek MeA₂ összetételét és ezzel az I szerkezet helyességét. A p_H-metriás vizsgálatok is azt bizonyítják, hogy a csapadékok előállítására alkalmazott oldatban a komplex molekulák 2 proton szabaddá válása közben képződnek. A vizsgált o-kinon-dioxim-komplexek szerkezete tehát lényegében megegyezik a többi dioximkelát szerkezetével.

Az oldott állapotban levő komplexekben a fém:ligandum arányt Jobb-módszerrel határoztuk meg, 18 000 cm⁻¹-en végzett spektrofotometriás mérések segítségével. A komplexek e vizsgálatok szerint oldatban is MeA₂ összetételűek.

II. A komplexek stabilitása

1. A ligandum

$$K_d = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} \quad (1)$$



2. ábra

Az o-kinon-dioxim savi disszociációjának képződési függvényei 1. vizes oldatban, 2. 50%-os dioxánban, 3. 75%-os dioxánban savi disszociációállandójának meghatározása céljából p_H-metriás titrálási görbékből kiszámítottuk az o-kinon-dioxim

$$\alpha = \frac{[A^-]}{[HA] + [A^-]} \quad (2)$$

⁴ K. Burger, I. Ruff and F. Ruff: J. Inorg. Nucl. Chem., 27. 179. 1965.; Magy. Kém. Folyóirat, 70. 351. 1964.

disszociációfokát és azt a p_H függvényében ábrázoltuk (2. ábra). Az $[A^-]$ és $[HA]$ értékeket a ligandum savi disszociációállandója segítségével kifejezve

$$\alpha = \frac{K_d [H^+]^{-1}}{1 + K_d [H^+]^{-1}} \quad (3)$$

A (3) egyenlet Sillén szerint normalizált alakjai:

$$Y = \frac{v}{1 + v} \quad (4)$$

ahol

$$v = K_d [H^+]^{-1} \quad (5)$$

az $\alpha(p_H)$ pontokat $Y(\lg v)$ normalizált görbéhez illesztve, a görbe legjobban illeszkedő helyzetében a $\lg v = 0$ helyen

$$-\lg K_d = p_H \quad (6)$$

A mérési adatokból szerkesztett pontoknak az $Y(\lg v)$ számított görbéhez való igen jó illeszkedése azt is mutatta, hogy a vizsgált p_H -tartományban a ligandum egybázisú sav. A vízben, 50%-os dioxánban és 75%-os dioxánban mért savi disszociációs állandókat a 2. táblázatban közöljük.

2. táblázat

Az o-kinon-dioxim savi disszociációs állandói

Oldószer	pK_d
Víz	$6,93 \pm 0,03$
50%-os dioxán	$7,85 \pm 0,05$
75%-os dioxán	$9,05 \pm 0,10$

2. A stabilitási állandók meghatározása céljából p_H -metriás titrálási görbékéből megszerkesztettük a komplexek Bjerrum-féle⁵ képződési görbéit (3.—5. ábra). A stabilitási állandókat a Sillén-féle normalizált görbék^{6,7} illesztésén alapuló gra-

3. táblázat

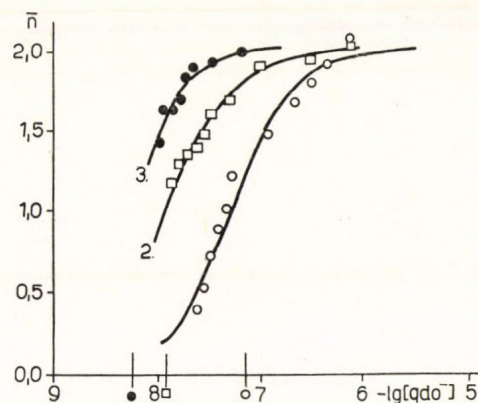
Az o-kinon-dioxim-komplexek stabilitási állandói

Központi atom	$\lg \beta_1$	$\lg \beta_2$	Hiba
50%-os dioxánban			
Fe(II)	7,1	14,2	$\pm 0,2$
Co(II)	—	16,5	$\pm 0,5$
Cu(II)	7,9	16,1	$\pm 0,3$
75%-os dioxánban			
Mn(II)	—	8,8	$\pm 0,3$
Fe(II)	8,4	16,3	$\pm 0,1$
Co(II)	—	~20	$\pm 0,5$
Ni(II)	8,6	17,5	$\pm 0,1$
Cu(II)	8,7	17,7	$\pm 0,1$
Zn(II)	—	10,2	$\pm 0,3$

⁵ J. Bjerrum: Metal ammine formation in aqueous solution. P. Hasse and Son, Copenhagen, 1941.

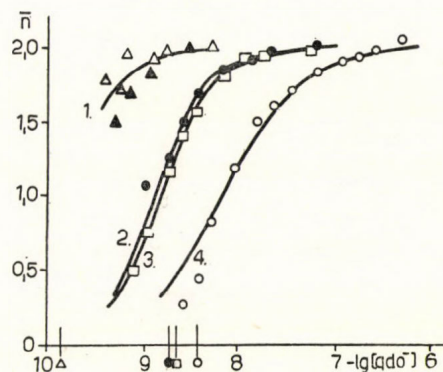
⁶ D. Dyrssen, L. G. Sillén: Acta Chem. Scand., 7. 663. 1953.

⁷ L. G. Sillén: Acta Chem. Scand., 10. 186. 1956.



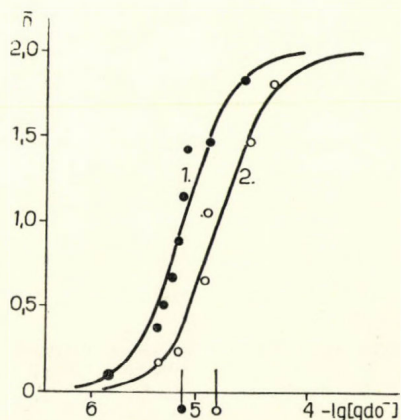
3. ábra

Az o-kinon-dioxim-komplexek Bjerrum-féle képződési görbéi 50%-os dioxánban
● Co(II), ○ Fe(II), □ Cu(II)
(Az abszcisszán feltüntetett függőleges vonal a megfelelő $\lg v = 0$ helyet jelzi)



4. ábra

Az o-kinon-dioxim-komplexek Bjerrum-féle képződési görbéi 75%-os dioxánban
△ Co(II), ● Cu(II), □ Ni(II), ○ Fe(II)
(Az abszcisszán feltüntetett függőleges vonal a megfelelő $\lg v = 0$ helyet jelzi)



5. ábra

Az o-kinon-dioxim-komplexek Bjerrum-féle képződési görbéi 75%-os dioxánban
○ Mn(II), ● Zn(II)
(Az abszcisszán feltüntetett függőleges vonal a megfelelő $\lg v = 0$ helyet jelzi)

fikus kiértékelő eljárásunk⁸ segítségével kaptuk meg. A komplexek vízben való kis oldhatósága miatt a vizsgálatokat 50% és 75% dioxánt tartalmazó oldatokban végeztük. A stabilitási állandókat a 3. táblázatban foglaltuk össze.

A pH-metriás vizsgálatokból kitűnik, hogy az egyes komplexek 2 proton szabaddá válása közben képződnek. Figyelembe véve, hogy a komplexekben a spektrofotometriás mérések szerint a fém : ligandum arány 1 : 2, megállapítható, hogy a többi dioximligandumhoz hasonlóan az adott rendszerekben is az egy negatív töltésű dioximát-anion a ligandum.

A lépcsőzetes stabilitási állandók szokatlan aránya ($K_1 : K_2 \leq 1$) azt mutatja, hogy intramolekuláris hidrogénhidak stabilizálják az MeA_2 komplexeket. E hidrogénhidak létezését az infravörös spektrumok (1. ábra) is egyértelműen mutatják.

III. A komplexek mágneses tulajdonságai

A komplexek mágneses viselkedése alapján eldönthető, hogy az adott reakcióban a ligandum erős vagy gyenge terű-e. A mágneses tulajdonságok felvilágosítást nyújtanak a komplexek szimmetriaviszonyairól is.

4. táblázat

A mágneses mérések eredményei

Központi atom	Szilárd állapotban		Oldatban
	B. M.	Páratlan elektronok száma	
Fe(II)			Diamágneses
Co(II)	1,9	1	Paramágneses*
Ni(II)	0	0	Diamágneses
Cu(II)	1,8	1	Paramágneses

* Kevésbé paramágneses, mint azonos koncentrációjú oldatban a fémion.

A mágneses mérések eredményeit a 4. táblázatban foglaltuk össze. Az adatokból kitűnik, hogy az o-kinon-dioxim vas(II)-, kobalt(II)- és nikkell(II)komplexében a többi dioximhoz hasonlóan erős terű ligandum. A nikkell(II)komplex biztosan négyzetes planáris szerkezetű, a vas(II)- és kobalt(II)komplexek négyzetes planáris vagy négyzetes bipiramis szerkezetűek (utóbbi esetben oldószer-molekulák foglalják el az axiális koordinációs helyeket). Így a mágneses mérések alátámasztják azt az infravörös spektrumokból nyert megállapítást, hogy a komplexben az o-kinon-dioxim-ligandumok egy síkban helyezkednek el.

IV. Kísérleti rész

1. Az o-kinon-dioximot Zincke és Schwarz⁹ előírata szerint állítottuk elő és desztillált vízből történő átkristályosítással tisztítottuk. Olvadáspontja 140,5–142 C° (irodalmi op. 142°).

2. Az infravörös spektrofotometriás és mágneses mérésekhez a komplexeket a következő módon állítottuk elő szilárd állapotban: 20 ml 0,1 mólos fémionoldathoz 40 ml 0,1 mólos alkoholos o-kinon-dioxim-oldatot elegyítettünk, majd a reakcióelegyet vízzel kb. 100 ml-re kiegészítettük. A reakcióelegy kémhatását néhány csepp 2 n nátronlúggal $pH \approx 6$ értékre állítottuk be. A kivált csapadékot centrifugáltuk, desztillált vízzel kimostuk és 100 C°-on vákuum-exsikkátorban megszártítottuk.

Az infravörös spektrumokat KBr-pasztyillában Zeiss UR 10 típusú spektrofotométer segítségével vettük fel.

A szilárd állapotban előállított komplexek mágneses momentumát MTA Központi Fizikai Kutató Intézetében épített mágneses mérlegen Gouy-módszerrel határoztuk meg. Köszönettel tartozunk Tarnóczy Tivadarnak értékes közreműködéséért.

3. A komplexek híg oldatában a mágneses szuszceptibilitás a szokott módszerekkel nem határozható meg. Az oldószerként jelenlevő víz és az oldott komplex közötti mágneses kölcsönhatásból következtetni lehetett azonban a komplex mágneses tulajdonságaira. A mágneses mérésekhez így a víz mágneses protonrezonanciájának mérésén alapuló közvetett módszert alkalmaztuk¹⁰. A víz mágneses protonrezonanciája mérésénél már kis mennyiségű a vízben feloldott paramágneses anyag hatására is jelentősen eszikken a gerjesztett állapot megszűnésének relaxációs ideje, ami jól indikálható¹¹. Így ezzel a módszerrel eldöntöttük, hogy az oldatban a vizsgált komplex dia- vagy paramágneses-e. A mágneses momentum értékének kvantitatív meghatározása az adott körülmények között nem volt lehetséges. Paramágneses komplexek esetén megállapíthatunk azonban, hogy az adott komplex vizes oldatának vizsgálatakor kapott jel (amely a komplex paramágnesességének a nagyságától függ) azonos vagy kisebb, mint azonos koncentrációjú akvokomplexé.

A mágneses protonrezonancia-méréseket az ELTE Atomfizikai Tanszékén épített készüléken végeztük. Köszönettel tartozunk Korecz László adjunktusnak értékes segítségéért.

A mágneses protonrezonancia-mérésekhez oldószerként dioxán : víz 3 : 1 arányú elegyét használtuk. A komplexkoncentráció a vizsgálandó oldatban $5 \cdot 10^{-3}$ mól/l volt.

4. Az ultrabolya spektrofotometriás méréseket Unicam SP 700 típusú regisztráló spektrofotométerrel $2 \cdot 10^{-4}$ mól/l fém-, illetve ligandumkoncentrációban végeztük. A Jobbörbéket a 18 000 hullámszámon mért extinkcióértékekből szerkesztettük meg.

5. A pH-metriás egyensúlyméréseket Radiometer pH-méter 28 műszerrel, Radiometer üvegelektroddal és összehasonlító elektrodként teltített kalomelektroddal végeztük. A komplexek vízben való kis oldhatósága miatt dioxán:víz = 1 : 1, illetve 3 : 1 arányú elegyét alkalmaztuk oldószernek. Az oldatok ionerősségét 50%-os dioxánban 0,3 mól/l-re, 75%-os dioxánban, 0,1 mól/l-re állítottuk be, nátrium-perkloráttal. A fémkoncentráció $5,0 \cdot 10^{-4}$ – $1,0 \cdot 10^{-3}$ mól/l, a ligandumkoncentráció $5,0 \cdot 10^{-3}$ mól/l volt. A titrálásokat $25,0 \pm 0,1$ C° hőmérsékleten végeztük.

Összefoglalás

Meghatároztuk az o-kinon-dioxim mangán(II)-, vas(II)-, kobalt(II)-, nikkell(II)-, réz(II)- és cink(II)-komplexeinek összetételét és stabilitási állapotát. Felvettük a ligandum, valamint kobalt-nikkell- és rézkomplexe infravörös spektrumát, és meghatároztuk a komplexek mágneses szuszceptibilitását.

⁸ K. Burger and I. Eged: J. Inorg. Nucl. Chem., 27. 2361. 1965.; Magy. Kém. Folyóirat, 71. 144. 1965.

⁹ Th. Zincke and Ph. Schwarz: Ann. Chem. Pharm., 307. 28. 1899.

¹⁰ K. Burger and I. Ruff: Talanta, 10. 329. 1963.

¹¹ A. Lösche: Kerninduktion. VEB, Berlin, 1957.

Megállapítást nyert, hogy — irodalmi adatokkal ellentétben — az *o*-kinon-dioxim a többi dioximligandummal analóg összetételű és szerkezetű komplexeket képez.

Some theoretical and practical problems in the use of organic reagents in chemical analysis, IX. Investigation of *o*-quinone dioxime complexes of transition metals. K. Burger and I. Ruff

The composition and stability constants of the manganese(II), iron(II), cobalt(II), nickel(II),

copper(II) and zinc(II) complexes of *o*-quinone dioxime were determined. Infrared spectra of the ligand, and its cobalt, nickel and copper complexes were recorded and the magnetic susceptibilities of the complexes determined.

It is shown that contrary to data in the literature, *o*-quinone dioxime forms complexes whose compositions and structures are analogous to that of other dioxime ligands.

Budapest, Eötvös Loránd Tudományegyetem Szervetlen- és Analitikai-Kémiai Tanszéke.

Érkezett: 1965. XII. 18.

Felületi oxidációs jelenségek germánium egykristálylapkákön

Adszorpciós vizsgálatok oxigénnel, I.

KIRÁLY JÁNOS és WÉGNER MÁRIA*

Az utóbbi évtizedben a félvezetők, köztük a germánium felületi kémiájának vizsgálata mindinkább az érdeklődés homlokterébe került. Ismeretes ugyanis, hogy a félvezetőkön lejátszódó szorpciós folyamatok a felület kémiai jellegének megváltoztatásával egyidejűleg jelentősen befolyásolják a felület elektrofizikai tulajdonságait is. Az oxigénszorpciót követően nemcsak a felület elektromos vezetőképessége változik meg lényegesen, hanem más lesz például az elektronkilépési munka nagysága is.

A fent mondottak, valamint az, hogy a félvezetők központi helyet foglalnak el a tranzistorgyártásban, indokolják azt a nagy érdeklődést, amit a híradástechnikai és elektronikus ipar tanúsít a germánium felületén lejátszódó szorpciós folyamatok iránt. Jelen közleményünkben a germánium egykristálylapkákön végzett oxigénadszorpciós vizsgálatokkal kapcsolatos eredményeinket ismertetjük, míg a következőkben a szorpció kinetikájáról, illetve ezzel kapcsolatos méréseinkről fogunk beszámolni. A korábbi idevágó munkák közül meg kell említeni Dell¹ alacsony hőmérsékletű oxidációs kísérleteit redukcióval nyert germániumporon, továbbá Green² vákuumban tört kristályon végzett kísérleteit, valamint Bennett és Tompkins³ vákuumpárologtatott germániumfilmen lejátszódó oxigénszorpcióval kapcsolatos alapvető közleményét.

A következőkben ismertetésre kerülő vizsgálatainkat széles hőmérséklet- ($-183-450\text{ C}^\circ$) és nyomástartományban ($10^{-5}-0,5$ torr) végeztük, adszorbensként pedig ismert orientációjú egykristály germániumlapkákat alkalmaztunk.

* Egyesült Izzólámpa és Villamossági Rt. Félvezető-fejlesztési Laboratóriuma.

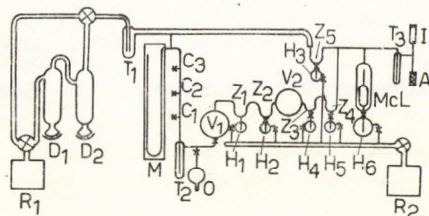
¹ R. M. Dell: J. Phys. Chem., 61. 1584. 1957.

² M. Green: Semiconductor Surface Physics. Ed. R. H. Kingston 362. 1957. University of Pennsylvania Press.

³ M. J. Bennett and S. F. R. Tompkins: Proc. Roy. Soc., A 259. 28. 1960.

Kísérleti módszer és berendezés

A kísérleteinknél alkalmazott készülék vázlatos rajzát az 1. ábrán mutatjuk be. A készüléknek három fő része van: a) A vákuumot szolgáltató rész a D_1 és D_2 sorba kötött higanydiffúziós szivattyúk, melyekhez az elővákuumot az R_1 rotációs szivattyú szolgáltatja. A T_1 kifagyasztó csapdát cseppfolyós nitrogénnel hűtöttük. Ez a rendszer alkalmas volt arra, hogy a készülékben 10^{-6} torr-os vákuumot állít-



1. ábra

son elő. b) A gázadagoló rendszer lényegében a V_1 és V_2 expanziós edényből és a z_1-z_4 higanyzárakból áll (működésére alább részletesen kitérünk). c) Az adszorpciómérő rész fő elemei: $5 \cdot 10^{-7}-0,5$ torr között mérő és temperálóköppennyel ellátott McLeod-manométer (McL), T_3 szintén cseppfolyós oxigénnel hűtött kifagyasztóedény, amely megakadályozza, hogy az A adszorbensedényhez és az I kalibrált ionizációs manométerhez higanygőz juthasson. Az adszorpciómérő részt a készülék többi részétől a z_4 és z_5 higanyzár különíti el. A H_1-H_6 a higanyzárak és a McLeod-manométerhez szükséges higanytartó edények, az R_2 rotációs szivattyú az ezek működéséhez szükséges vákuumot szolgáltatja.

Készülékünkönél a higanyzárak alkalmazását az tette szükségessé, hogy általában 10^{-4} torr nyomás alatt a zsírozott csapok még nagyon gondos csiszolás esetén sem használhatók. A hiba nem is a csiszolásban van, hanem abban, hogy a zsírozásnál szinte elkerülhetetlenül valami kis levegőzárvány marad a zsírozott felületek között, ez a csap forgatása közben a készülékbe kerülve, a készülék kisnyomású részében, akár nagyságrenddel is leronthatja a vákuumot.

A mérés menete röviden a következő: Az adszorbens megfelelő előkészítése és az egész készülék gondos leszívása után a c jelű csapok, illetve az M manométer segítségével a V_1 expanziós edényben az adszorpciós részbe beeresztetni kívánt gázadagotól függően $10-30$ torr nagyságú adszorptívumnyomást állítunk be. Ezután V_1 -ből a z_1 higanyzár leeresztésével és felemelésével egy kis gázmenyiséget a z_1 és z_2 higanyzárakat összekötő vezetékrendszerbe