

202. Walther Hempel: Apparate und Einrichtungen des Laboratoriums zu Dresden.

(Eingegangen am 4. Mai.)

I. Filterpresse für Laboratorien.

Während in der chemischen Industrie die Filterpressen die aller- ausgedehnteste Anwendung finden, haben dieselben sich in den Laboratorien nur wenig Eingang verschaffen können. Der Hauptgrund hierfür liegt wohl darin, dass die Arbeiten in den wissenschaftlichen Laboratorien von Tag zu Tag wechseln, die Pressen daher für jede neue Operation sorgfältig gereinigt werden müssen, während in den Fabriken immer derselbe Niederschlag getrennt wird, eine Reinigung der complicirten Kanäle dann nicht in Frage kommt. Ausserdem sind bei den Arbeiten im Laboratorium in der Mehrzahl der Fälle saure oder stark alkalische Flüssigkeiten in Anwendung, denen metallene Apparate unter dem gleichzeitigen Einfluss der Luft wenig widerstehen.

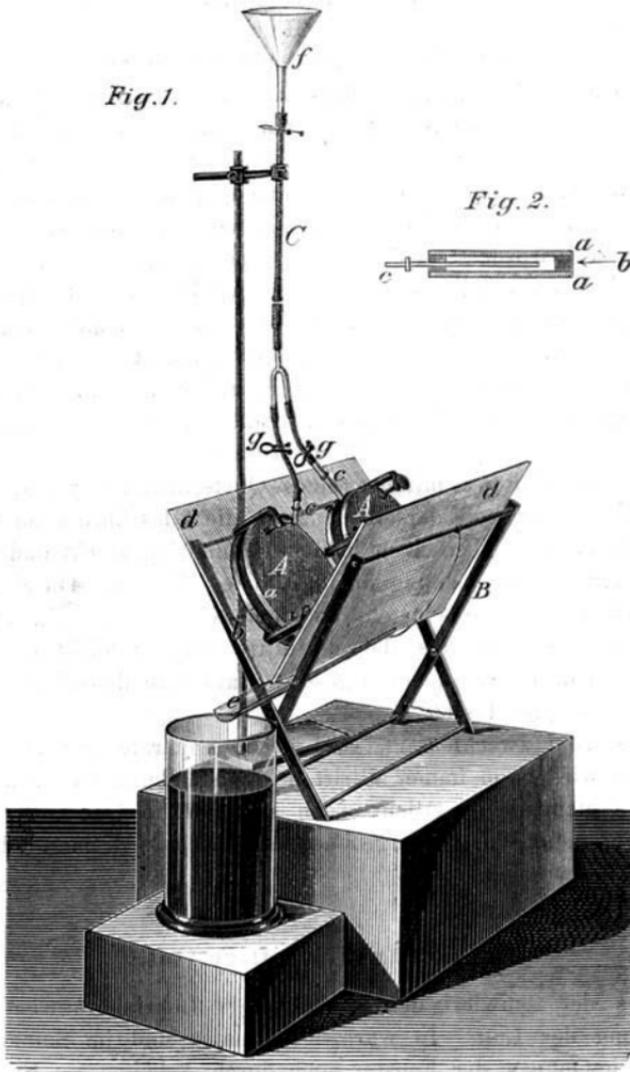
Von einer Filterpresse für Laboratorien muss man verlangen, dass dieselbe sich sehr leicht reinigen lässt und dass alle Theile, welche mit den Flüssigkeiten in Berührung kommen, entweder aus Glas, Porzellan oder Gummi hergestellt sind. Nebenstehende Zeichnung Fig. 1 giebt die Einrichtung eines derartigen Apparates. Derselbe besteht aus den eigentlichen Filtern *A*, dem Filterbock *B* und der Druckleitung *C*. Die Filter sind zusammengesetzt aus durchlochtem Porzellanplatten *a* Fig. 2 und dem dazwischen liegenden Gummiring *b*. In dem Gummiring ist in ein seitliches Loch eine etwa 1 Centimeter weite Glasröhre *c* eingeschoben, an welche sich die Druckleitung *C* anschliesst.

Als Träger der Filter dient ein eisernes, sägebockartiges Gestell, in welchem zwei starke Glastafeln *d* eingelegt sind, unter denen eine Glasrinne *e* entlang läuft.

Die Glasrinne ist aus einer etwa 40 mm weiten Glasröhre dadurch hergestellt, dass man diese der Länge nach in zwei Theile gesprengt hat. In den so gebildeten Bock kommen die Filter in der Weise zu liegen, wie es Fig. 1 zeigt (siehe Fig. 1 u. 2 auf Seite 1435).

Soll der Apparat benutzt werden, so nimmt man die Filter auseinander, legt auf die Porzellanplatten zuerst ein grobes, passend geschnittenes Stück Leinwand, dann ein Stück Fliesspapier, hierauf den Gummiring, dann wieder ein Stück Fliesspapier, ein zweites Leintuch, und endlich die zweite Porzellanplatte. Das ganze schraubt man mit 4 eisernen Schrauben, über welche Gummischeuhe gezogen sind, zusammen. Zum Schutz der Porzellanplatten bringt man unter die

Pressschrauben ein Stück Holz oder Hartgummi. Auf diese Weise ist eine Zelle gebildet, welche an 2 Seiten durch filtrirende Flächen geschlossen ist.



Diese Zelle steht durch die Glasröhre *c* mit einer aus Glas und Gummi hergestellten Druckleitung *C* in Verbindung, deren Länge etwa 2—3 Meter betragen muss. Verfügt man über die Räumlichkeit, welche direct über dem Laboratorium gelegen ist, so führt man die Druckleitung am Besten in dieselbe durch ein etwa 1 Centimeter weites in die Decke gebohrtes Loch. Das Ende der Druckleitung

wird durch einen grossen Trichter *f* gebildet, die Leitung selbst hängt frei im Raume. Will man filtriren, so giesst man die betreffende Flüssigkeit mit dem Niederschlag in den Trichter. Es werden dann alle festen Theilchen im Filter zurückgehalten, die Flüssigkeit läuft an den Glastafeln herunter in die Rinne und von da in ein untergestelltes Gefäss. Man erhält so im Anfang einen ganz starken Strahl der filtrirenden Flüssigkeit, so dass die Arbeit sehr wenig Zeit beansprucht. Ist eine Zelle mit Niederschlag gefüllt, so fängt die Flüssigkeit an langsamer zu filtriren, bis dieselbe nur noch in einzelnen Tropfen abläuft. Man hat es vollkommen in der Gewalt, den Niederschlag in mehr oder weniger harten Kuchen abzupressen, je nachdem man den Filtrirprocess früher oder später unterbricht. Soll der Niederschlag vollständig ausgewaschen werden, so ist es unzweckmässig ganz dichte Kuchen herzustellen, da diese sich wegen ihrer Schwerdurchdringbarkeit für Flüssigkeiten schlecht auswaschen lassen. Man unterbricht dann am Besten die Filtration in dem Momente, wo die anfangs im zusammenhängenden Strahl durchlaufende Flüssigkeit sich in einzelne Tropfen aufzulösen beginnt. In diesem Fall klemmt man die Druckleitung mittelst eines Quetschhahnes *g* ab, entfernt hierauf das Filter von derselben, zieht die Glasröhre *c* so weit zurück, dass dieselbe oben noch in dem Gummiring steckt und befestigt sie an einer anderen Leitung für destillirtes Wasser. Durch das Zurückziehen der Röhre entsteht in dem Niederschlag ein Drainage-Kanal, von welchem aus das destillirte Wasser leicht den ganzen Presskuchen durchdringt, vorausgesetzt, dass man denselben nur nicht hat zu fest werden lassen.

Es ist sehr zweckmässig, zwei solche Apparate zu verwenden; in dem einen wird dann immer filtrirt, in dem anderen ausgewaschen.

Die Gummiringe werden, wenn sie nicht in Gebrauch sind, in einem Topf unter Wasser aufgehoben; sie halten sich dann Jahre lang ohne hart zu werden.

II. Abzüge für giftige Gase.

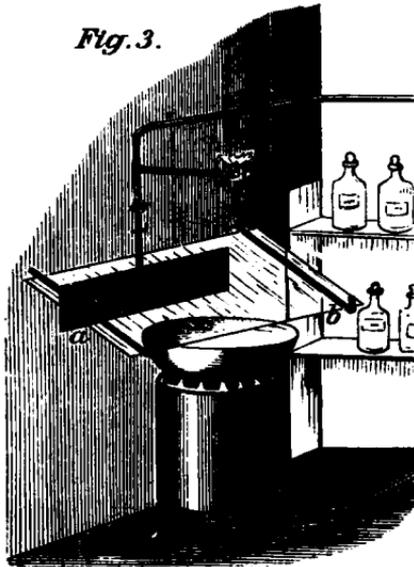
Eines der schwierigsten Probleme in Lehlaboratorien ist die Reinhaltung der Luft. In warmen Klimaten und im Sommer kann man durch Oeffnen der Fenster und durch Arbeiten im Freien eine gute Luft im Laboratorium herstellen. Weniger leicht ist es, wenn alle Arbeiten im Haus ausgeführt werden müssen. Der einzige Weg, welcher dann übrig bleibt, ist, für eine möglichst grosse Zahl guter Abzüge zu sorgen. Die sicherste Ventilation gewähren warme Schornsteine. Es ist ein entschiedener Fehler, die Essen in die Aussenmauern des Hauses zu legen, da sie dann kälter als der Raum sind, also nur ziehen, wenn durch Gas oder Dampf künstlich Zug darin

erzeugt wird, während ein Schornstein, der in der Innenmauer eines geheizten Raumes liegt, immer seine Schuldigkeit thut.

Die Mehrzahl der in den Laboratorien vorhandenen Abzüge bestehen aus grossen Kästen, die vorn eine Thür oder ein Schiebefenster haben und oben ventilirt werden. Die so gebildeten Kammern sind meist etwas dunkel, so dass es schwierig ist, darin zu arbeiten. Die fraglichen giftigen Gase erfüllen erst den Abzug und werden dann herausventilirt. Man kommt dadurch in die Lage, dass die entwickelten Dämpfe, welche aus einer Schale, Kochflasche oder irgend einem anderen Apparat entweichen und nur wenige Cubikcentimeter pro Minute betragen, auf viele hundert Liter verdünnt werden. Während nun der Schornstein mit Leichtigkeit im Stande sein würde, einige hundert Cubikcentimeter irgend eines Gases pro Minute abzuführen, vermag er die grossen Luftvolumen nicht mehr genügend anzusaugen, die Abzüge rauchen daher selbst aus allen Spalten; der Zweck wird nicht erreicht.

Die Abführung gelingt sicher, wenn man eine Einrichtung anwendet, welche die Figur 3 zeigt. Hierbei ist in den Schornstein

Fig. 3.



ein schmaler Schlitz *a* eingehauen und vor diesem aus T-Eisen ein Eisenstab *b* befestigt, welcher als Träger von wegnehmbaren Glasplatten dient. Die Abdampfschalen werden direct an die Abzugsöffnung unter die Glasplatten gestellt, wodurch eine vollständige Entfernung aller Gase und eine sehr beschleunigte Verdampfung erreicht wird, weil die gesammte Luft, welche der Schornstein ansaugt, über die Flüssigkeit streichen muss.

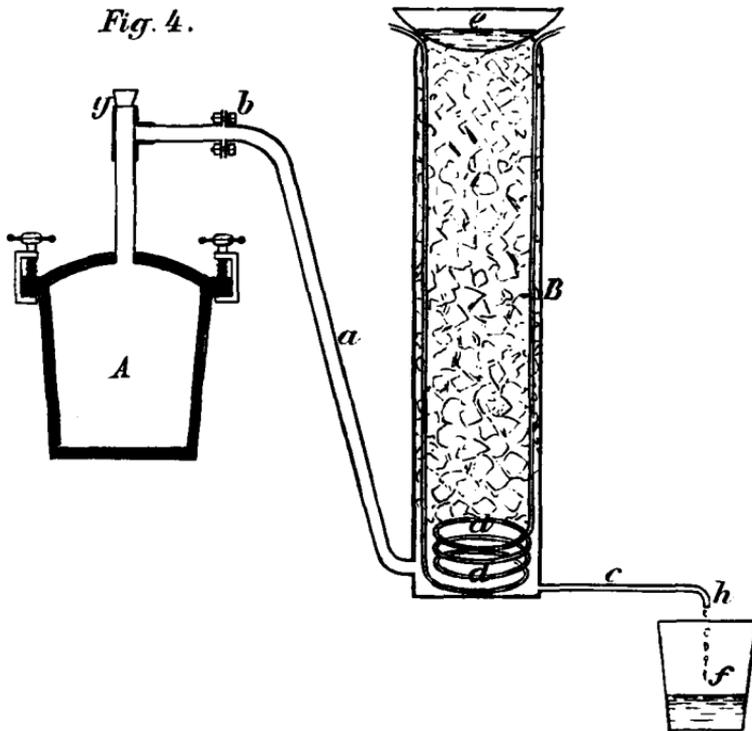
III. Apparat zur Darstellung von Fluorwasserstoff- und Kieselfluorwasserstoffsäure.

Wegen der nahen Verwandtschaft des Fluors zum Glas bietet die Darstellung der Fluorverbindungen besondere Schwierigkeiten. Man benützt in den Laboratorien daher meist Apparate aus Blei oder Platin.

Bleigefäße würden dem Zweck genügend entsprechen, wenn dieselben nicht zu leicht schmelzbar wären, die Platinapparate sind zu theuer.

Ich habe gefunden, dass man die fraglichen Operationen ganz gut in eisernen Töpfen ausführen kann, vorausgesetzt, dass man nur concentrirte Schwefelsäure zur Zersetzung verwendet. Seit längerer Zeit bediene ich mich in meinem Laboratorium nebenstehend gezeichneten Apparates zur Darstellung der Fluorwasserstoffsäure.

Fig. 4. Derselbe besteht aus einem gusseisernen Topf *A* mit aufgeschliffenem Deckel, welcher durch 4 Klemmschrauben fest aufgepresst werden kann. In dem Deckel ist eine etwa 30 mm weite, eiserne



Gasleitungsröhre eingesetzt, welche bei *b* durch eine Flantsche mit dem Bleirohr *a* und dadurch mit dem bleiernen Absorptionsapparat *B* in

Verbindung steht; bei *g* ist das Rohr mit einem Dreiwegstück versehen, dessen eine Oeffnung durch einen Kork verschlossen ist.

Der Absorptionsapparat besteht aus einem einfachen, etwa 15 cm weiten und 70 cm hohen Bleicylinder, welcher am Boden ein etwa 1 cm weites Ablaufrohr *c* hat. In dem Bleicylinder liegt eine Kühlschlange *d*, welche aus einem etwa 5 mm weiten Bleirohr zusammengerollt ist, aller übrige Raum ist mit groben Holzkohlenstücken ausgefüllt.

Beim Gebrauch beschickt man den eisernen Topf mit 1 kg gemahlenem Flussspath und 1 kg concentrirter roher Schwefelsäure, rührt die Masse gut um und erhitzt am besten über freiem Feuer.

Man giesst dann in eine auf den Absorptionscyylinder gestellte Bleischale *e*, in deren Boden einige Löcher gestochen sind, etwa 750 ccm Wasser und stellt bei *f* ein Gummi- oder Bleigefäss unter. Durch die Kühlschlange lässt man einen starken Strom kalten Wassers laufen. Das Wasser vertheilt sich aus der Bleischale auf die Holzkohlen und fließt über diese dem Fluorwasserstoffgas entgegen, die gebildete Flusssäure sammelt sich in dem Gefäss *f*. Hört das Tropfen bei *h* auf, so giesst man die abgelaufene Flusssäure wieder zurück nach *e* und wiederholt dies so lange, bis der eiserne Topf zum schwachen Rothglühen gebracht ist. Nach dem Erkalten findet man beim Oeffnen des eisernen Topfes eine kaum noch sauer reagirende, trockene Masse von Gyps, die sich mit einem eisernen Meißel sehr leicht herausstechen lässt.

Vielfache Versuche, die so gewonnene rohe Flusssäure zu reinigen, bei welchen ich alle vorgeschlagenen Methoden durchprobirte, lehrten, dass die einfachste Art darin besteht, dass man die rohe Flusssäure in 2 Hälften theilt, den einen Theil mit Ammoniak bis zur alkalischen Reaction absättigt, dann wieder mit dem andern Theil zusammengießt und hierauf in einer Platinschale eindampft.

Es scheidet sich beim Concentriren Fluorwasserstofffluorammon ab; ist dieser Punkt erreicht, so lässt man erkalten und trennt die Krystalle von der Mutterlauge durch Filtration in einem mit Wachs überzogenen Glas- oder einem Guttapercha-Trichter. Durch zweimaliges Umkrystallisiren gelingt es leicht, dieses Salz chemisch rein herzustellen, welches sich in einem Holz- oder Papierkasten ohne Veränderung aufbewahren lässt.

Mit demselben Apparat lässt sich auch Kieselfluorwasserstoffsäure darstellen; man befestigt dann nur an die Flantsche *b*, mittelst eines Korkes, eine rechtwinklig gebogene, weite Glasröhre. Ist die Glasröhre wenigstens 18 mm weit im Lichten, so ist es nicht nöthig, das entwickelte Fluorsilicium unter Quecksilber austreten zu lassen, da der Gasstrom leicht im Stande ist, das ausgeschiedene Kieselsäurehydrat heraus zu treiben, auch wenn man die Glasröhre direct in Wasser

taucht. Ich habe gefunden, dass die Entwicklung von Fluorsilicium am besten geht, wenn man auf 1 kg Flussspath $1\frac{1}{2}$ kg Sand und 2 kg concentrirte Schwefelsäure verwendet.

IV. Apparat zur Sauerstoffentwicklung.

Während meines Aufenthaltes in New-York im Jahre 1881 habe ich einen Apparat zur Sauerstoffentwicklung gesehen, welcher wohl verdiente, allgemein eingeführt zu werden. Leider konnte ich nicht erfahren, wer der Erfinder desselben ist.

Der fragliche Apparat besteht aus einem gusseisernen Entwicklungsgefäss *A*, Figur 5, mit aufgeschliffenem Deckel *a*, welcher durch Schrauben unter Zuhülfenahme einer Dichtung aus Asbestpappe gasdicht aufgedrückt werden kann. In dem Deckel ist ein etwa 30 mm weites, eisernes Gasleitungsrohr *b* eingesetzt, welches seitlich ein Zweigrohr *c* hat und den grossen Hahn *d* und Trichter *e* trägt.

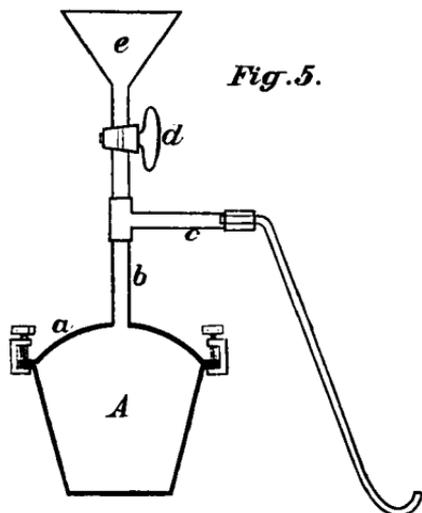


Fig. 5.

Die Bohrung des Hahnes *d* muss wenigstens 20 mm weit sein. Das Rohr *c* wird durch einen Gummischlauch oder eine Glasröhre mit dem Gasometer in Verbindung gesetzt, welcher den entwickelten Sauerstoff aufnehmen soll.

Um die Arbeit zu beginnen, schüttet man durch den Trichter etwa 50 g chloresaures Kali in den Apparat und bringt denselben dann über eine Gasflamme oder ein Kohlenfeuer. Man schliesst den Hahn, so bald sich in dem Trichter mit einem glimmenden Span Sauerstoff nachweisen lässt. In dem Moment, wo die Sauerstoffentwicklung anfängt schwächer zu werden, was man nach dem aus dem Gasometer ausfliessenden Wasser leicht beurtheilen kann, öffnet man den Hahn für einen Augenblick und schüttet wieder 50 g chloresaures Kali ein; man fährt in dieser Weise fort, bis der Gasometer gefüllt ist.

Diese Art der Arbeit bietet den Vortheil, dass nie grosse Massen von chloresaurem Kali auf ein Mal erwärmt werden. Nach kurzer Zeit ist so viel Chlorkalium gebildet, welches als Verdünnungsmittel wirkt, dass man selbst bei ganz stürmischer Entwicklung keinerlei Gefahr läuft.