

Chemische Laboratoriumstechnik

Ein Hilfsbuch für Laboranten, Chemiewerker
und Fachschüler

Von

Dr. techn. Ing. Walter Wittenberger

Chemiker und Ausbildungsleiter
der Teerfarbenwerke Aussig G. m. b. H.

Zweite, verbesserte Auflage

Mit 319 Abbildungen



Springer-Verlag Wien GmbH

Chemische Laboratoriumstechnik

Ein Hilfsbuch für Laboranten, Chemiewerker
und Fachschüler

Von

Dr. techn. Ing. Walter Wittenberger

Chemiker und Ausbildungsleiter
der Teerfarbenwerke Aussig G. m. b. H.

Zweite, verbesserte Auflage

Mit 319 Abbildungen



Springer-Verlag Wien GmbH

ISBN 978-3-7091-3589-1 ISBN 978-3-7091-3588-4 (eBook)
DOI 10.1007/978-3-7091-3588-4

**Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung
in fremde Sprachen, vorbehalten**

Copyright 1942 by Springer-Verlag Wien

Ursprünglich erschienen bei Springer-Verlag OHG. in Vienna 1942

Vorwort zur 1. Auflage.

Das Buch soll dazu beitragen, daß der neuereitrende Chemie-jungwerker unter Anleitung seines Ausbildungsleiters und Berufsschullehrers das erforderliche Verständnis für das Arbeiten im Laboratorium gewinnt. Die theoretischen Erklärungen sind auf das unbedingt notwendige Maß beschränkt, das Hauptgewicht wurde auf die praktischen Erfahrungstatsachen gelegt, auf alle jene „Kleinigkeiten“, die oft ausschlaggebend für den ordnungsgemäßen Verlauf einer Reaktion und maßgebend für die Richtigkeit einer durchgeführten Analyse sind. Der Jungwerker muß sich durch einfache ihm gestellte Aufgaben mit den verschiedenen Operationen, mit der Handhabung und Wirkungsweise der Gerätschaften, mit der Zusammenstellung der nötigen Apparaturen vertraut machen. Dabei soll ihm das Buch helfen, die Aufgabe richtig anzufassen, er wird dadurch die Scheu verlieren, die ihm vor Beginn einer neuen, ihm unbekanntes und vielleicht kompliziert erscheinenden Arbeit befällt. Auf die Unfallgefahren und ihre Verhütung ist stets besonders hingewiesen, um Schaden an Leben und Gesundheit weitgehend zu verhindern.

Darüber hinaus wurden Form und Inhalt des Buches absichtlich so ausführlich gehalten, daß es für die ausgebildeten und voll eingesetzten Laboranten und Chemiefachwerker, die imstande sein müssen, nach gegebenen Vorschriften selbständig Analysen auszuführen, Reaktionen zu beaufsichtigen und die hierfür notwendigen Apparaturen zusammenzustellen, den Wert eines brauchbaren Nachschlagebuches behält. Der Laborant wird es dankbar empfinden, wenn er sich ohne größere Mühe und ohne Zeitverlust über die Durchführung einer vielleicht von seiner täglichen Arbeit abweichenden Aufgabe orientieren kann.

Dem Ausbildungsleiter und Berufsschullehrer wird das Hilfsbuch ermöglichen, eine systematische und lückenlose Ausbildung der Jungwerker durchzuführen, und zwar auch dann, wenn der Lehrbetrieb auf Grund seiner Spezialisierung nicht in der Lage ist, auf *allen* Gebieten eine gründliche praktische Ausbildung zu gewährleisten.

Schließlich wird es auch dem Fachschüler ein willkommenes Behelf für seine Laboratoriumsübungen sein. Die vorhandenen Berufsbildungspläne für den Chemiefacharbeiter-Nachwuchs dienen dem Hilfsbuch als Grundlage und Richtlinie, so daß es den Anforderungen, die heute an einen Ausbildungsbehelf gestellt werden müssen, entspricht.

Die Zahl der Abbildungen ist absichtlich hoch gehalten, *da

ein Bild den beschreibenden Text erst lebendig macht und oft lange, umständliche Erklärungen erübrigt. Dem Verlag bin ich für die drucktechnische Ausgestaltung des Buches und für sein Entgegenkommen, einen tragbaren Preis zu erzielen, zu großem Dank verpflichtet. Auch hat mir der Verlag manche Arbeit, an der ich durch meine Einberufung zur Wehrmacht verhindert wurde, abgenommen.

Mit der Herausgabe des Buches will ich gleichzeitig einen Dank an meine Mutter verbinden, durch deren unermüdliche Arbeit meine Berufswahl ermöglicht wurde.

Möge das Buch den Zweck erfüllen, für den es geschaffen wurde; dem Lernenden soll es ein brauchbares Hilfsmittel für seine Berufsausbildung und dem schaffenden Laboranten ein Ratgeber bei seiner verantwortungsvollen Tätigkeit sein.

Aussig, im August 1942.

Walter Wittenberger.

Vorwort zur 2. Auflage.

Dem Vorwort der 1. Auflage über den Sinn und Zweck des Buches habe ich nichts hinzuzufügen. Geht doch aus der Tatsache, daß die 1. Auflage in weniger als drei Monaten vergriffen war, sowie aus den Besprechungen und den mir aus Kreisen der Industrie zugegangenen Schreiben eindeutig hervor, daß das Buch seinen Zweck im Laboratorium und in der Schule erfüllt. Den Anregungen aus Fachkreisen habe ich weitgehend Rechnung getragen. So wurden neben einer Anzahl kleiner Ergänzungen die kurzen, als Einführung gedachten Abschnitte über pH-Messung und Polarographie neu aufgenommen. Der Abschnitt „Optische Geräte“ erfuhr eine Erweiterung durch Neuaufnahme der Beschreibungen des Refraktometers, Interferometers und Photometers. Im Abschnitt „Arbeiten mit Gasen“ wurden einige Ergänzungen, besonders über die Entnahme von Gasen aus Stahlflaschen und über Gasentwicklungsapparate, eingefügt. Durch diese Maßnahmen wurde der Umfang des Buches um etwa 20 Seiten, die Zahl der Abbildungen um 29 vermehrt. Dabei ist der Verlag meinen Wünschen wiederum in jeder Hinsicht entgegengekommen.

So übergebe ich das Buch in neuer Auflage den Laboratorien der Industrie und den Ausbildungsstätten mit dem Wunsche, daß sie ihm neue Freunde gewinnen möge.

Aussig, im Oktober 1944.

Walter Wittenberger.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
1. Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Ver- hütung	1
A. Umgang mit chemischen Stoffen	1
B. Allgemeine Sicherheitsmaßnahmen im Laboratorium..	2
C. Erste Hilfe bei Unfällen	3
Laboratoriumsbrände 3. — Erste Hilfe bei Ver- letzungen 3. — Ausstattung des Sanitätskastens 4. — Hauptsächlich vorkommende chemische Stoffe mit gefährlichen Eigenschaften und Schutzmittel 4. — Atemschutzgeräte 8.	
2. Einrichtung des chemischen Laboratoriums	11
A. Allgemeine Einrichtung	11
B. Arbeitsgeräte	13
Metallgeräte 13. — Holzgeräte 14. — Glasgeräte 15. — Porzellangeräte 17. — Sonstiges 18.	
C. Werkstoffe	18
3. Hilfsmittel beim Aufbau von Apparaturen	20
A. Glasblasen	20
Hilfsvorrichtungen für das Glasblasen 20. — Die Flammen der Gebläselampe 23. — Das Glasmaterial 23. — Reinigen von Glasröhren 23. — Schneiden von Glasröhren und Glasstäben 24. — Abrunden von Glasstäben und Röhrenenden 25. — Biegen von Glas- röhren 26. — Ausziehen von Röhren 27. — Rändern von Röhrenenden 27. — Schließen von Röhren- enden 28. — Öffnen von Röhren 28. — Aufblasen von Glaskugeln 28. — Aneinanderschmelzen von Röhren in der Längsrichtung 29. — Seitliches An- setzen von Röhren 29. — Einschmelzen eines Platin- drahtes 30.	
B. Die Spritzflasche	30
C. Reinigen der Laboratoriumsgeräte	31
Glas und Porzellan 31. — Eisen 32. — Platin 32.	
D. Behandeln von Kork	33
Weichmachen des Korkes 33. — Bohren von Kork 33. — Abdichten von Korkstopfen 34.	
E. Behandeln von Gummi	34

	Seite
F. Behandeln von Asbest	35
G. Verbindung von Glasröhren und Apparateilen	35
H. Glasschliffe	36
Abdichten von Glasschliffen 36. — Sicherung von Schliffverbindungen 37. — Lösen festsitzender Schliff- verbindungen 38. — Normalschliffe 38. — Glashähne 39.	
J. Sicherheitsvorrichtungen an Apparaturen	40
Verschlüsse an Gummischläuchen 40. — Gummi- ventil nach BUNSEN 40. — Rückschlagventil aus Glas 41. — Sicherheitsrohre 41.	
K. Ätzen und Bohren von Glas; Schreiben auf Glas	41
Ätzen von Glas 41. — Bohren von Glas 42. — Schrei- ben auf Glas 42.	
L. Kitten	42
M. Verschiedenes	43
Aufbewahren von Reagenzien 43. — Schwarzfärben von Tischen und Holzgeräten 44. — Ankleben von Etiketten auf Glasgefäße 45.	
4. Die Aggregatzustände der Stoffe	45
Feste Stoffe 46. — Flüssigkeiten 46. — Gase 46.	
5. Zerkleinern	47
Durchführung der Zerkleinerung 47.	
6. Mischen	49
Rührvorrichtungen 50. — Schüttelvorrichtungen 52.	
7. Sieben	53
Sieben 53. — Schlämmen 54. — Sedimentieren 55.	
8. Wägen	55
A. Wirkungsweise der Waage	55
Das Gewicht 55. — Der Hebel 55. — Die gleicharmige Waage 56. — Wägen mit unrichtigen Waagen 57.	
B. Die Waagen des Laboratoriums und des Chemiebetriebes	58
Die Dezimalwaage 58. — Die Tafelwaage 58. — Die Hornschaalenwaage 58. — Die Präzisions- oder Apo- thekerwaage 59. — Die analytische Waage 59.	
C. Die analytische Waage	59
Einzelheiten der analytischen Waage 59. — Auf- stellung der analytischen Waage 62. — Der Ge- wichtssatz 62. — Fortschritte und Neuerungen an analytischen Waagen 63. — Die Ruhelage der Waage 65. — Die Empfindlichkeit der analytischen Waage 65. — Ausführung der Wägung 67. — Vorsichtsmaß- nahmen beim Wägen 70. — Wäegeräte 70.	
9. Abmessen von Flüssigkeiten	72
A. Volumen	72

	Seite
B. Meßgefäße und ihre Anwendung	74
Tropfgefäße 74. — Maßzylinder 74. — Maßkolben 75. — Pipetten 76. — Büretten 78. — Titrieren 82. — Um- füllen von Flüssigkeiten 86. — Schüttgewicht 88. — Einige wichtige Formeln für die Volumensberech- nung 88.	
10. Lösen	89
Löslichkeit 89. — Lösungsmittel 91. — Herstellung von Lösungen 92. — Arten der Lösung 93. — Be- stimmung der Löslichkeit 96.	
11. Filtern	97
A. Filtermaterial	98
Papier 98. — Asbest 100. — Glas 100. — Sand 100. — Steinfilter 100. — Gewebe 100.	
B. Filtration bei gewöhnlichem Druck	101
Durchführung der Filtration 101. — Vorrichtungen zum Festhalten des Trichters 103. — Schutz gegen das Zerreißen der Filter 104. — Schutz gegen das Durchlaufen feiner Niederschläge 104. — Beschleu- nigung des Filtrierens 105. — Selbsttätige Filtration 108.	
C. Filtrieren unter vermindertem Druck (Absaugen)	109
Erzeugung des luftverdünnten Raumes (Vakuum) 109. — Filtriergefäße 112. — Auffanggefäße 116. — An- ordnung einer Filtration 116. — Durchführung der Filtration 116. — Absaugen kleiner Substanzmengen 118. — Absaugen großer Substanzmengen 118.	
D. Filtration durch Überdruck	118
E. Abschleudern	120
12. Hilfsoperationen bei analytischen Arbeiten	121
Auflösen fester Substanzen auf chemischem Wege 121. — Aufschließen unlöslicher Substanzen 122. — Auf- lösen erstarrter Schmelzen 122. — Fälln 123. — Filtrieren 123. — Auswaschen von Niederschlägen 124. — Trocknen von Niederschlägen 125. — Veraschen und Glühen von Niederschlägen 125. — Abrauchen von Niederschlägen 127. — Wiederauflösen von Nieder- schlägen 127. — Schäumen von Flüssigkeiten 127.	
13. Trocknen	128
Trocknen fester Stoffe 128. — Trocknen von Flüs- sigkeiten 132. — Trocknen von Gasen 133.	
14. Erhitzen	134
Heizvorrichtungen	134
Direkte Gasheizung 134. — Indirekte Gasheizung 139. — Benutzung flüssiger Brennstoffe 143. — Elek- trische Heizung 143.	
15. Kühlen	143
Kühlen fester Stoffe 144. — Kühlen von Flüssig- keiten 144. — Kühlen von Dämpfen 145.	

	Seite
16. Temperaturmessung	147
A. Allgemeines	147
Temperatur 147. — Wirkungsweise und Wesen der Wärme 147. — Wärmemenge 148. — Schmelz- und Verdampfungswärme 148. — Wärmeausdehnung 149. Gasgesetze 149.	
B. Temperaturmessung	150
Flüssigkeitsthermometer 150. — Quecksilberthermometer 151. — Dampfdruck- und Gasthermometer 155. — Widerstandsthermometer 156. — Thermoelemente 157. — Optische Temperaturmessung 158.	
C. Selbsttätige Regulierung der Temperatur	159
17. Charakteristische Temperaturen.....	160
Flamm- und Brennpunkt 160. — Stockpunkt 161. — Schmelzpunkt 161. — Siedepunkt 165.	
18. Eindampfen	166
Verdampfen einer Flüssigkeit unterhalb der Siedetemperatur 166. — Verdampfen einer Flüssigkeit unter Sieden derselben 167. — Maßnahmen zur Aufhebung des Siedeverzuges 167.	
19. Destillieren	168
Destillation unter Atmosphärendruck 169. — Fraktionierte Destillation 170. — Vakuumdestillation 172. — Wasserdampfdestillation 175.	
20. Sublimieren	177
Sublimation unter Atmosphärendruck 178. — Vakuumsublimation 179. — Fraktionierte Sublimation 179. — Sublimationstechnik 179.	
21. Extrahieren	180
Extraktion fester Stoffe 180. — Extraktion von Flüssigkeiten 182.	
22. Kristallisieren	183
Reinigungsmethoden 184. — Umkristallisieren 185. — Fraktionierte Kristallisation 187. — Kristallformen 188.	
23. Arbeiten mit Gasen	189
A. Aufbewahrung von Gasen	189
Aufbewahrungsgefäße ohne Sperrflüssigkeit 189. — Aufbewahrungsgefäße mit Absperrflüssigkeit 192. — Aufbewahrung verflüssigter Gase 194.	
B. Herstellung von Gasen im Laboratorium	194
Gasentwicklungsapparate 194. — Herstellung der wichtigsten Gase im Laboratorium 197.	
C. Waschen und Trocknen von Gasen	197
Wasch- und Trockenapparate 197. — Tabelle der wichtigsten Wasch- und Trockenmittel für Gase 200.	
D. Absorbieren von Gasen	200
Absorptionsmittel für Gase 201.	

	Seite
E. Gasanalyse	201
Messen und Analysieren der Gase	203
In Gasbüretten 203. — Durch Verbrennung 205.	
— Technische Gasuntersuchung mit dem ORSAT-	
Apparat 205.	
F. Messen strömender Gase	269
24. Arbeiten unter Luftabschluß	207
25. Druckmessung	208
Barometer 208. — Manometer 210.	
26. Durchführung von Reaktionen unter erhöhtem Druck....	212
Einschmelz- oder Schießröhren (Bombenröhren) 212.	
— Druckflaschen 213. — Autoklaven 213.	
27. Probenahme	215
Feste Stoffe 215. — Flüssigkeiten 216. — Gase 217.	
28. Spezifisches Gewicht	219
Allgemeines 219. — Bestimmung des spezifischen	
Gewichtes 219.	
29. Viskosität	225
Viskosimeter nach ENGLER 225. — Viskosimeter mit	
hängendem Kugelniveau nach UBBELOHDE 226. —	
Viskosimeter nach HÖPPLER 227.	
30. Eichen von Meßgefäßen	228
Eichung von Maßkolben 228. — Prüfung eines Maß-	
kolbens auf Richtigkeit 229. — Eichung von Voll-	
pipetten 229. — Kalibrierung von Büretten 230.	
31. Heizwert	230
Verbrennung in der Kalorimeterbombe 230. — Ele-	
mentaranalyse 234.	
32. Arbeiten mit dem elektrischen Strom.....	237
A. Allgemeines	237
OHMSches Gesetz 237. — Wirkungen des elektrischen	
Stromes 237. — Meßinstrumente 238. — Strom-	
quellen 239. — Ausführung von Widerständen 241.	
B. Elektrische Heizung	243
Selbsterstellung eines elektrischen Röhrenofens 245.	
C. Elektrische Temperaturmessung	248
D. Elektrolyse	248
E. Polarographie	251
33. p_H -Messung	253
Begriff des p_H -Wertes 253. — Messung des p_H -	
Wertes 254.	
34. Colorimetrie	257
Mit einfachen Maßzylindern 258. — Mit optischen	
Instrumenten 258.	
35. Optische Instrumente.....	259
A. Allgemeines	259
B. Optische Instrumente.....	261
Lupe 261. — Mikroskop 261. — Polarisationsapparat	
262. — Refraktometer 264. — Interferometer 265. —	
PULFRICH-Photometer 268.	
Sachverzeichnis.....	271

1. Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung.

Die Tatsache, daß das vorliegende Buch mit einer ausführlichen Besprechung der Unfallgefahren im Laboratorium und ihrer Verhütung beginnt, soll dem Benutzer die Wichtigkeit dieser Zeilen vor Augen führen. Unsauberes und unvorsichtiges Arbeiten, Außerachtlassen der bestehenden Vorschriften gefährdet nicht nur die Gesundheit des Arbeitenden, sondern auch die seiner Arbeitskameraden. Die genaue Kenntnis der wichtigsten dieser Vorschriften ist unerläßlich, denn bei Unfällen sind stets rasches Handeln und Geistesgegenwart nötig. Selbst bei der größten Vorsicht können unvorhergesehene Ereignisse (Laboratoriumsbrände, Explosionen, Verletzungen usw.) eintreten. Eine geschulte Mannschaft wird dann in den meisten Fällen imstande sein, größeren Schaden an Gesundheit und Material zu verhindern.

Ein so oft gehörter Standpunkt (beruhend auf der Bequemlichkeit des einzelnen), man passe ja gut auf, und es sei doch noch nie etwas passiert, ist sträflicher Leichtsinns!

Das Rauchen im Laboratorium ist aus Gründen der Arbeitsdisziplin und der Sauberkeit verboten.

A. Umgang mit chemischen Stoffen.

a) Gasleitungen. Undichte Gasleitungen (Erkennen am Geruch des ausströmenden Heizgases) dürfen nicht mit offenen Flammen abgeleuchtet werden. Probe auf Undichtheit: Bestreichen mit Seifenwasser. Beim Auftreten des Gasgeruches sind sofort die Fenster zu öffnen.

b) Gebrauchte Putzwolle. Zum vorübergehenden Aufbewahren gebrauchter Putzwolle, selbstentzündlicher und feuergefährlicher Abfälle sind unverbrennliche Behälter mit dichtschließendem Deckel vorzusehen.

c) Ätzende Substanzen. Aufbewahren nur in geeigneten Behältern und an sicheren Stellen unter Verschuß. Beim Arbeiten

2 Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung.

mit solchen Stoffen sind die Augen durch eine Schutzbrille, die Hände durch Handschuhe zu schützen. Wenn möglich, sind die Arbeiten unter einem Abzug vorzunehmen, dessen vordere Scheibe herabgelassen ist.

d) Explosive Stoffe. Aufbewahren derselben stets in sicheren Behältern und unter Verschuß. Arbeiten hinter einer Schutzscheibe, Benutzung einer Schutzbrille ist unerläßlich.

e) Arbeiten unter Vakuum oder Druck. Schutz der Augen durch Schutzbrille.

Flaschen für verdichtete oder verflüssigte Gase sind liegend aufzubewahren oder gegen Umfallen zu sichern, z. B. durch Ketten oder Rohrschellen. Gefüllte Flaschen sind vor Erwärmung und scharfem Frost zu schützen. Ventile an Flaschen für Gase mit oxydierender Wirkung, z. B. Sauerstoff, dürfen nicht mit brennbaren Stoffen, wie Öl oder Fett, geschmiert werden.

f) Leicht entzündliche Stoffe. Solche Stoffe, z. B. feuergefährliche Lösungsmittel, dürfen am Arbeitsplatz nur in der zum Arbeiten unbedingt erforderlichen Menge stehen, also keine großen Vorratsflaschen! Entfernen sämtlicher offenen Flammen aus der Nähe. Für niedrigsiedende Lösungsmittel, z. B. Äther, verwendet man elektrisch geheizte Bäder oder Wasserbäder. Beim Umfüllen von Lösungsmitteln dürfen keine Trichter mit langem, engem Hals verwendet werden (Entzündungsgefahr infolge der Reibung an den Glaswänden). Die Vorratsflaschen sind in einem eigens dafür bestimmten Raum unter Verschuß zu halten und zu erden.

g) Giftige Stoffe. Beim Arbeiten mit festen oder flüssigen giftigen Stoffen ist eine gute nachherige Säuberung der Hände und des Arbeitsplatzes nötig. Stoffe, die bereits bei Berührung mit der Haut giftig wirken (z. B. Dimethylsulfat), müssen sofort mit einem geeigneten Lösungsmittel abgewaschen werden.

Mit giftigen oder stark reizenden Gasen wird möglichst im Freien oder unter einem gut ziehenden Abzug gearbeitet. Schutz durch eine Gasmaske. Beim Arbeiten mit stark staubentwickelnden Stoffen ist ein Staubschutzgerät zu tragen.

B. Allgemeine Sicherheitsmaßnahmen im Laboratorium.

Motortransmissionen müssen entsprechend geschützt sein.

Wasserleitung mit Schlauchanschlüssen und leicht zugängliche Brausen sowie *Handfeuerlöschgeräte* müssen vorhanden sein.

Zusätzlich ist in jedem Arbeitsraum eine *Decke* zum Löschen von Bränden bereitzuhalten.

Der *Sanitätskasten* soll an einer leicht erreichbaren Stelle aufgehängt sein.

Für gute *Lüftung* des Raumes muß gesorgt werden.

Laboratoriumsgeräte (Bechergläser, Schalen usw.) dürfen nicht zum Aufbewahren von Lebensmitteln benutzt werden!

C. Erste Hilfe bei Unfällen.

1. Laboratoriumsbrände. Den Brand kleiner Mengen Lösungsmittel in einem Gefäß erstickt man durch Darüberdecken einer Holzplatte oder Porzellanschale. Größere Brände bekämpft man mit Feuerlöschapparaten. Haben die Kleider Feuer gefangen, ist das Feuer sofort durch Einhüllen in eine Decke oder Wälzen am Boden zu erstickern, also keinesfalls herumlaufen! Wichtig ist, beim Ausbrechen eines Brandes sofort alle Gashähne zu schließen und herumstehende brennbare Substanzen zu entfernen.

2. Erste Hilfe bei Verletzungen. Da jede chemische Substanz, die mit einer Wunde in Berührung kommt, zu schweren Gesundheitsschädigungen führen kann, ist stets größte Vorsicht und Reinlichkeit am Platze. Es ist keine „Feigheit“, auch eine kleine Wunde richtig zu behandeln und zu verbinden.

a) Kleine Hautwunden und Abschürfungen werden mit Alkohol gewaschen und verbunden. Jede größere Wunde soll nicht berührt und nicht selbst gewaschen werden, sondern auf die Wunde zuallererst reine sterile Gaze geben, darüber erst Watte und Binde, keine Salbe. Dann sofort in ärztliche Behandlung begeben.

b) Wunden, aus denen hellrotes Blut pulsierend spritzt (arterielle Blutung), oberhalb (zwischen Wunde und Herz) mit Gummibinde abbinden.

c) Wunden, aus denen dunkelrotes Blut hervorfließt (venöse Blutung), mit Druckverband verbinden, nachdem das verletzte Glied hochgehoben wurde.

d) Säure- und Laugenverätzungen mit einer großen Menge der bezeichneten Lösung abspülen und dann die Wunde verbinden. Bei Säureverätzung Verwendung von Alkohol oder Bicarbonatlösung, bei Laugenverätzung $\frac{1}{2}\%$ ige Essigsäurelösung.

e) Bei Brand- und Ätzwunden mit einem ausgekochten Salbenspatel sterile Vaseline auf sterile, hydrophile Gaze streichen, damit die Wundflächen bedecken, darüber verbinden.

f) Bei Augenverätzungen langes Spülen der Augen (ohne die Hornhaut zu berühren) mit destilliertem Wasser aus der Augenspülwanne. Die weitere Spülung mit der entsprechenden Lösung je

4 Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung.

nach der Verätzung durch Säure oder Lauge. Auf jeden Fall sofort den Arzt rufen.

g) Verunglückte mit Brüchen und Verrenkungen sofort in ärztliche Behandlung überführen. Bei Knochenbrüchen sind die verletzten Glieder zu schienen.

h) Bei elektrisch Verunglückten an der frischen Luft mit der künstlichen Atmung beginnen. Ärztlicher Beistand ist sofort anzufordern.

i) Gasvergiftete sofort an die frische Luft bringen, gegebenenfalls Sauerstoffatmung. Sofort den Arzt rufen.

3. Ausstattung des Sanitätskastens. Im Sanitätskasten sind stets vorrätig zu halten: Mehrere Mullbinden in verschiedener Breite (4, 5, 8, 10 und 20 cm breit für verschiedene Verbände), hydrophile Gaze, Watte, Leukoplast, Borvaseline, Brandbinden, Salbenspatel, $\frac{1}{2}$ l $\frac{1}{2}\%$ ige Essigsäurelösung (für Verätzungen durch Laugen), $\frac{1}{2}$ l 2% ige Bicarbonatlösung (für Verätzungen durch Säuren), $\frac{1}{2}$ l 2% ige Borsäurelösung für Laugenverätzungen des Auges, $\frac{1}{2}$ l 2% ige Boraxlösung für Säureverätzungen des Auges, mindestens $\frac{1}{2}$ l dest. Wasser, eine Augenspülwanne. Ferner: Jodtinktur, HOFFMANNsche Tropfen, Baldriantropfen, essigsaurer Tonerde und reiner Alkohol.

4. Hauptsächlich vorkommende chemische Stoffe mit gefährlichen Eigenschaften und Schutzmittel.

Stoffe	Eigenschaften und Wirkung	Schutz- bzw. Gegenmittel
Ammoniak	In starker Konzentration tödlich, wirkt ätzend.	Nach Einatmung größerer Mengen: völlige Ruhe, liegender Transport. Wenn möglich, Einatmung von Wasserdämpfen. Bei Verletzung der Augen: langes Spülen mit viel Wasser.
Arsen u. Arsenverbindungen	Sehr giftig! Arsenwasserstoff kann schon bei einmaliger Einatmung tödlich wirken. (Er entsteht z. B. bei Reduktionsprozessen mit feinverteilten Metallen.)	Größte Sauberkeit beim Arbeiten, Staub gründlich abführen. Schutzhandschuhe und Atemschützer tragen. Schwitzende Stellen des Gesichtes mit Vaseline einfetten. Bei Aufnahme in den Magen trinken von reichlich lauwarmem Wasser.

(Fortsetzung der Tabelle.)

Stoffe	Eigenschaften und Wirkung	Schutz- bzw. Gegenmittel
Äther	Stark betäubend, leicht brennbar. Zersetzt sich nach längerer Zeit an der Luft und ist dann explosibel.	Aufbewahrung des Äthers vor Licht und Luft geschützt. Nach Einatmung an frische Luft bringen.
Benzin	Sehr leicht brennbar, Dämpfe wirken in großer Konzentration berauschend.	Nach Vergiftung an frische Luft bringen, künstliche Atmung.
Benzol, Toluol	Brennbar, Dämpfe in großer Konzentration berauschend. Auch häufiges und dauerndes Einatmen geringer Mengen ist schädlich. Kopfschmerzen, Schwindelgefühl, Neigung zu Blutungen der Schleimhäute, Nasenbluten.	Bei Vergiftung künstliche Atmung, ärztliche Behandlung. Waschen der Hände mit Benzol ist verboten (Hautkrankheiten!).
Blausäure	Sehr giftig! Brennbar, Gemisch mit Luft explosiv. Dämpfe schon in geringen Mengen tödlich. Giftwirkung auch durch die Haut.	Arbeiten mit Gasmasken! Bei Einverleibung durch den Mund: sofort Arzt rufen! Mehrere Flaschen mit 0,2%iger Permanganatlösung bereithalten und im Vergiftungsfall soviel als möglich trinken. Bei Erbrechen Ruhelage und ruhiges Verhalten. Bei Einatmung von Dämpfen: sofort Arzt rufen! Künstliche Atmung, ruhiges Verhalten, Verabreichen von starkem Kaffee.
Blei	Giftig (besonders die Dämpfe, Auftreten derselben im Laboratorium selten).	Vorsicht und gute Reinigung der Hände.
Brom	Stark ätzend.	Ätzstellen mit Petroleum abwaschen oder mit einer Lösung von Bicarbonat und Thiosulfat.

6 Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung.

(Fortsetzung der Tabelle.)

Stoffe	Eigenschaften und Wirkung	Schutz- bzw. Gegenmittel
Chlor- und Bromdämpfe	Stark ätzend auf die Atmungsorgane. Ernste Krankheitserscheinungen erst mehrere Stunden nach der Einatmung. Husten, Atemnot, Erstickung.	Sofort ärztliche Hilfe! An die frische Luft bringen, Ruhelage, nicht tief atmen. Möglichst Einatmung von Wasser- oder Alkoholdämpfen. Verabreichung von heißem Kaffee, Tee oder Milch zur Reizminderung. Keinesfalls künstliche Atmung!
Dimethylsulfat	Heftiges Gift! Zerstört schon bei kurzer Einwirkung die Haut, Entzündung der Augen.	Haut gut waschen mit Wasser und Seife, Kleider sofort wechseln. Gummihandschuhe verwenden. Bei Einatmung: Hilfe wie bei Chlorgas!
Flußsäure	Auch in Verdünnung giftig und stark ätzend auf die Haut.	Die benetzten Hautstellen mit 3%iger Ammoniaklösung baden. Bei Augenverätzungen gut mit Wasser spülen, Arzt rufen!
Halogenierte Kohlenwasserstoffe	Stark riechende Stoffe, in großer Konzentration berauschend und betäubend. Auch häufiges und dauerndes Einatmen geringer Mengen ist schädlich. Tetrachloräthan ist ein schweres Lebergift.	Arbeiten mit Gasmaske!
Kohlendioxyd Kohlenoxyd	Wirkt erstickend. Sehr gefährlich, weil durch Geruch nicht erkennbar. Wirkt betäubend und tödlich. Es entsteht bei der unvollständigen Verbrennung von Kohle. Technische Heizgase bestehen zu einem erheblichen Teil aus Kohlenmonoxyd.	Frische Luft. Gute Entlüftung aller gefährdeten Räume. Bei Vergiftung in frische Luft bringen, tief atmen lassen, eventuell künstliche Atmung mit Sauerstoffgerät.
Laugen	Wirken ätzend.	Sofort mit viel Wasser spülen, Verwendung von Schutzbrille und Schutzhandschuhen.

(Fortsetzung der Tabelle.)

Stoffe	Eigenschaften und Wirkung	Schutz- bzw. Gegenmittel
Methylalkohol	Giftig, durch Einatmen seiner Dämpfe, die betäubend wirken, können Krämpfe und Erblindung eintreten. Besonders schädlich ist der Genuß des Methylalkohols.	Gute Durchlüftung.
Nitrose Gase	Meist braunrote Farbe. Können schon in geringen Mengen tödlich wirken.	Nach Einatmung sofort Sauerstoffinhalation, aber nicht unter Druck (keine künstliche Atmung). Sofortiges Riechen an Ammoniumbicarbonat; liegend transportieren.
Organische Nitroverbindungen	Sehr giftig. Auch häufiges und dauerndes Einatmen geringer Mengen ist schädlich. Brennbar und einige im Gemisch mit Luft explosiv. Vergiftung besonders bei Aufnahme durch die Haut. Kopfweh, Blaufärbung der Lippen. Jede Verunreinigung der Kleider ist gefährlich.	Die Kleider sobald als möglich ablegen und reinigen. Die Haut lauwarm waschen, nicht heiß! Vor und während der Arbeit keine alkoholischen Getränke genießen.
Phenol (Carbolsäure)	Wirkt stark ätzend, kann Hautkrankheiten verursachen.	Schutzhandschuhe. Gute Belüftung.
Phosgen	Sehr giftiges Gas! Krankheitserscheinungen erst nach Stunden. Husten, Atemnot, Erstickung.	Gasmaske verwenden. Nach Einatmung sofort Arzt rufen, bis dahin strengste Ruhe, nicht tief atmen. Sauerstoffatmung, jedoch nicht unter Druck; keine künstliche Atmung.
Phosphorwasserstoff	Giftig. Bewirkt Erbrechen, Krämpfe, Lähmung.	Bei Gefahr der Einatmung Atemschutzgerät mit Spezialeinsatz nötig.
Quecksilber und seine Verbindungen	Schädlich in erster Linie als Dampf und Staub.	Atemschützer verwenden.

8 Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung.

(Fortsetzung der Tabelle.)

Stoff	Eigenschaften und Wirkung	Schutz- bzw. Gegenmittel
Säuren	Wirken ätzend.	Sofort mit viel Wasser spülen. Verwendung von Schutzbrille und Schutzhandschuhen.
Schwefeldioxyd	Verursacht beim Einatmen krampfhaften Husten.	Einatmung von Alkoholdämpfen.
Schwefelkohlenstoff	Einatmen ist gesundheitsschädlich. Leicht entzündlich, im Gemisch mit Luft explosiv.	Vorsichtiges Arbeiten, gute Durchlüftung.
Schwefelwasserstoff	Sehr giftiges Gas!	Falls nach Vergiftung schlechte Atmung, sofort mit künstlicher Atmung beginnen, auch bei Scheintod; wenn möglich Sauerstoffbeatmung.

5. Atemschutzgeräte. a) Allgemeines. Atemschutzgeräte sind Vorrichtungen, die es ihrem Träger ermöglichen, in einer giftigen oder sauerstoffarmen Atmosphäre zu atmen.

Für das Laboratorium kommen fast durchwegs Filtergeräte in Betracht, und zwar Gasmasken, seltener Frischluftgeräte, bei denen durch eine Schlauchleitung atembare Luft zugeführt wird, oder Sauerstoffgeräte. Bei letzteren trägt der Gefährdete den Sauerstoffvorrat in einem Behälter am Rücken mit sich.

Bei den Filtergeräten wird die giftstoffhaltige Luft vor dem Eintritt in die Atmungsorgane in einem Filter von ihren schädigenden Beimengungen befreit. Es ist daher die richtige Wahl des Filters wichtig.

Die Gasmasken sind nicht mehr anwendbar, wenn der Sauerstoffgehalt des Gas-Luft-Gemisches unter 15% sinkt. Ebenso ist eine zu hohe Konzentration an Giftgas (über 2%) gefährlich, da das Filter diese Gasmenge unter Umständen nicht mehr vollständig zu absorbieren vermag.

Den einfachsten Anschluß des Filters stellt ein Mundstück (auch „Schnüffler“ genannt) dar. Es wird durch einen Reißzapfen im Munde festgehalten, während die Nasenöffnungen durch eine Nasenklemme verschlossen werden. Solche Geräte sind sehr rasch anzulegen, haben aber den Nachteil, daß sie wegen der dauernden Mundatmung und wegen ihres Gewichtes, das nur mit den Zähnen gehalten wird, bei längerer Tragdauer lästig werden.

b) Staubfilter. Handelt es sich darum, Materialstaub, wie er etwa beim Zerkleinern chemischer Stoffe entsteht, von den Atmungswegen abzuhalten, genügt es mitunter, einen feuchten Schwamm so vor Mund und Nase zu binden, daß die Einatemluft diesen Schwamm passieren muß, ehe sie in den Mund oder die Nase gelangt.

Besser sind die Staubmasken (Kolloidfilter), die gegen gesundheitsschädliche Staube aller Art schützen. Sie bestehen aus dem Maskenkörper, durch den die Abdichtung am Gesicht erfolgt, und dem aufgeschraubten Filtertopf, der ein Wattedevorfilter und ein Kammerfilter enthält. Vorteilhaft wird gleichzeitig eine Staubschutzbrille verwendet.

c) Bestandteile und Wirkungsweise der Gasmaske. Gegen hochgiftige Gase benutzt man die Vollgasmaske, die Mund, Nase und Augen dicht umschließt.

Die Anforderungen, die an eine Gasmaske gestellt werden, sind: 1. dichter Sitz, 2. keine oder nur geringe Beeinträchtigung des Blickfeldes und 3. geringer Totraum.

Die gute Abdichtung wird entweder durch einen Dichtrahmen am Maskenrand oder durch eine schmiegsame Gummihäube erreicht.

Der tote Raum, d. i. der Raum zwischen Gesicht und Maske, soll möglichst klein gehalten werden, da er stets mit verbrauchter Luft gefüllt ist, die bei jedem Atemzug wieder mit eingeatmet werden muß.

Eine Gasmaske besteht aus dem Gesichtsanschluß und dem angeschraubten Filtereinsatz. Das Anschlußgewinde ist genormt, so daß sämtliche Einsätze an den Gesichtsanschluß passen. Die Füllung der Filtereinsätze besteht aus körnigen und faserigen Stoffen. Erstere dienen zur Filterung von Gasen, letztere zur Entfernung von Staub und Schwebstoffen aus der Einatemluft. Die Körner halten entweder das Gas durch Adsorption fest (Aktivkohle), oder sie erreichen eine chemische Bindung oder Veränderung und damit Unschädlichmachung des Gases (z. B. Kieselgurkörner mit verschiedenen Chemikalien getränkt).

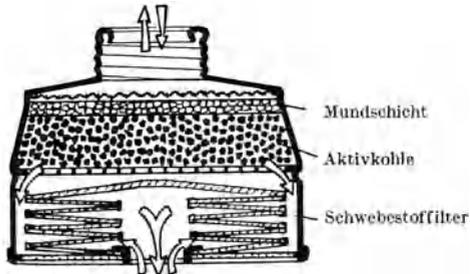


Abb. 1. Filtereinsatz für Gasmasken.

So sind z. B. an dem Filter Nr. 88 B der Auergesellschaft Aktiengesellschaft, Berlin, folgende Teile zu unterscheiden: das Einsatzgewinde, das Gasfilter, bestehend aus einer Mundschicht und Aktivkohle, das Schwebstofffilter (mit harmonikaartig angeordnetem Filtrierpapierscheiben) und die Verschlußplatte (Abb. 1).

Die Atmung ist entweder eine Zweiwegatmung, bei der die feuchte Ausatemluft durch ein Ventil ins Freie gelangt, oder eine

10 Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung.

Einwegatmung, bei der Aus- und Einatemluft denselben Weg machen müssen (Abb. 2).

Eine Überprüfung der Einsätze ist von Zeit zu Zeit erforderlich, da ihre Wirksamkeit zeitlich begrenzt ist.

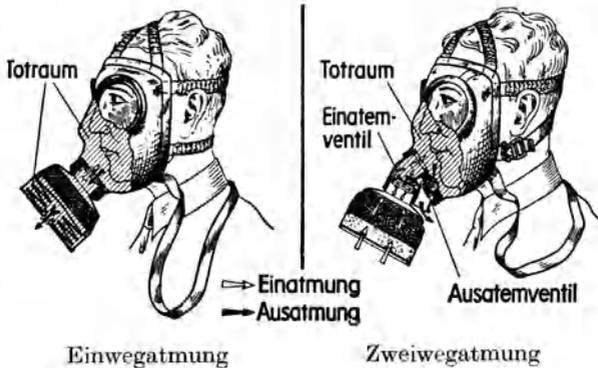


Abb. 2. Einweg- und Zweiwegatmung.

d) Verpassung der Gasmasken. Man legt das Tragband der Maske (ohne eingeschraubten Einsatz) um den Hals, faßt die Bänderung mit beiden Händen und bringt die Maske vor das Gesicht, indem man das Kinn recht weit hineinschiebt. Dann wird die Bänderung so weit als möglich über den Kopf gezogen und so verstellt, daß eine

Kennbuchstabe	Kennfarbe	Hauptanwendungsgebiet
A	Braun	Organische Dämpfe (Lösungsmittel)
B	Grau	Saure Gase (Halogene, Halogenwasserstoffe, nitrose Gase)
CO	3 cm breiter, schwarzer Ring	Kohlenoxyd
E	Gelb	Schwefeldioxyd
G	Blau	Blausäure
K	Grün	Ammoniak
L	Gelb/Rot	Schwefelwasserstoff
M	Gelb/Grün	Schwefelwasserstoff/Ammoniak
O	Grau/Rot	Arsenwasserstoff/Phosphorwasserstoff
R	Gelb/Braun	Schwefelwasserstoff (in geringem Maße auch organische Dämpfe, Lösungsmittel)
S	Grau	Chemische Kampfstoffe (Luftschutz)

vollkommene Abdichtung am Gesicht eintritt. Das Nackenband verhindert, daß sich der untere Teil des Maskenkörpers bei einer plötzlichen Kopfbewegung löst. Man überzeuge sich durch Zuhalten des Mundringes mit der flachen Hand und lebhaftes Einatmen von der ordnungsgemäßen Verpassung der Maske. Um einen guten Sitz zu gewährleisten und aus hygienischen Gründen ist es erforderlich, daß jeder seine eigene, ihm verpaßte Gasmasken besitzt.

e) Kennzeichnung der Filtereinsätze. Um verhängnisvolle Verwechslungen zu vermeiden, sind die einzelnen Einsatztypen durch Buchstaben und bestimmte Farben gekennzeichnet.

Benutzte Literatur:

Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie, Unfallverhütungsvorschriften.
 Auergesellschaft Aktiengesellschaft, Berlin, Grundlagen des Atemschutzes. 1939.
 BERNHAUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

2. Einrichtung des chemischen Laboratoriums.

A. Allgemeine Einrichtung.

Der *Raum* muß hell sein und soll einen gut ziehenden Ventilator besitzen. Für gute Beleuchtung und Vorhänge gegen direkte Sonnenbestrahlung ist zu sorgen. Die Raumtemperatur soll 18° betragen. Zur Kontrolle des Luftdruckes ist ein Barometer aufgehängt.

An der *Wand* des Laboratoriums werden *Regale* für die am häufigsten gebrauchten Glasgeräte und wichtigsten Reagenzien aufgestellt. Giftige und seltener gebrauchte Reagenzien und Geräte werden in verschlossenen Schränken aufbewahrt.

Töpfe für Abfälle sind neben oder auf den Arbeitstischen vorzusehen.

Jedes Laboratorium enthält ferner einen *Trockenschrank* und, falls öfters bestimmte Arbeiten (z. B. Titrations) ausgeführt werden, *Arbeitstische vor dem Fenster*. Zum Reinigen und Trocknen der Arbeitsgeräte sind *Waschbecken* und *Abtropfbretter* anzubringen.

Jedes Laboratorium muß einen *Sanitätskasten* und einen *Handfeuerlöscher* enthalten.

Der im Raum befindliche *Abzug* dient als Schutz beim Arbeiten mit Säuren und schädlichen Dämpfen. Er ist mit säurefesten Steinen ausgekleidet und mit einem Schiebefenster und möglichst noch kleinen Seitentüren ausgestattet. Die Dämpfe werden durch einen Abzugsschlot mittels Ventilator oder Lockflamme abgezogen.

Für Stahlflaschen mit komprimierten Heizgasen (z. B. Pentan)

ist ein geeigneter Platz zu wählen. Die Stahlflaschen müssen gegen Umfallen durch Festbinden geschützt sein.

Wichtig sind die *Zuleitungen und Abflüsse* für Wasser sowie eine genügende Anzahl von Leuchtgasanschlüssen, falls solches vorhanden ist. Modern eingerichtete Laboratorien haben ferner Anschlüsse für Dampf, Druckluft und Vakuum, die freilich auch durch andere behelfsmäßige und selbstgebaute Apparaturen ersetzt werden können. Elektrische Anschlüsse sind vorzusehen.

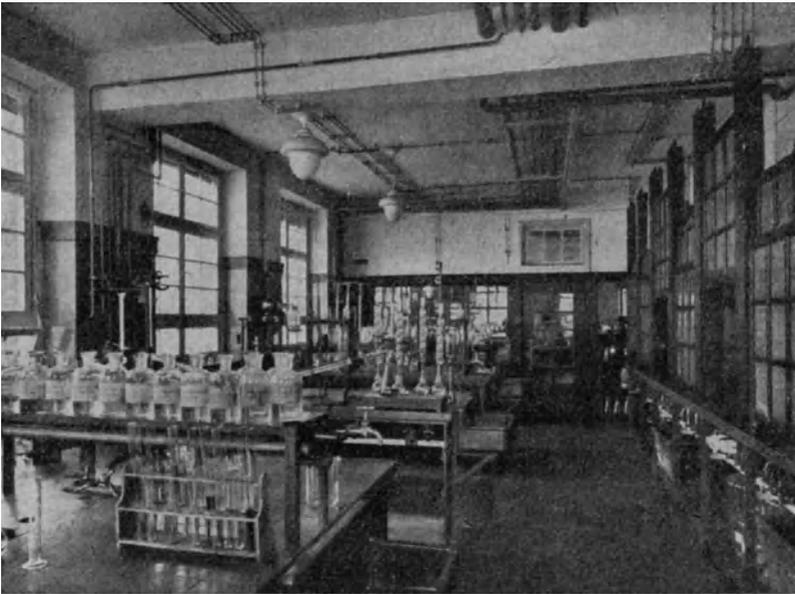


Abb. 3. Ansicht eines Laboratoriums.

Wird das warme Wasser aus Mischleitungen (Dampf und kaltes Wasser) entnommen, muß immer zuerst das kalte Wasser aufgedreht werden (und umgekehrt zuerst der Dampf abgedreht werden), um Verbrühungen durch plötzlich ausströmenden Dampf zu vermeiden.

Die zahlreichen Leitungen sollen zur Unterscheidung mit einer bestimmten Farbe gestrichen oder durch farbige Bänder gekennzeichnet sein. Solche Kennfarben für Rohrleitungen sind: Rot für Dampf, Grün für Wasser, Blau für Luft, Gelb für Gas und Grau für Vakuum.

Die Abflußleitungen müssen so eingerichtet sein, daß ein Verstopfen möglichst nicht eintreten oder doch rasch behoben werden kann.

Die *Arbeitstische* tragen am besten eine starke Platte aus Eichenholz und einen Aufsatz für die Reagenzflaschen. Zum Auf-

stellen der Gasbrenner dienen als Wärmeschutz gegen das Springen der Holzplatten Eternit- oder Asbestplatten. Die Tischfächer und Schubladen sind den Einrichtungsgegenständen angepaßt, so daß eigene Kästen für Glasgeräte, Porzellanschalen, Filter, Stopfen, Gummischläuche, Werkzeuge, Stative usw. vorhanden sind.

In jedem Laboratorium sollen *Flaschen mit destilliertem Wasser* aufgestellt sein, die durch Heber und Quetschhahn eine rasche Wasserentnahme gestatten.

An der Wand oder im Abzug sind Vorrichtungen, wie *Laufschienen* oder *Eisenbügel*, zum Aufbau von Rührwerken vorzusehen.

Wichtig ist die ständige *Reinhaltung* des Laboratoriums!

B. Arbeitsgeräte.

In folgendem wird eine kurze Beschreibung der wichtigsten Arbeitsgeräte allgemeiner Art gegeben. Die hier nicht angeführten Geräte sind in den die Geräte betreffenden Abschnitten näher beschrieben.

1. Metallgeräte. Zum Aufbau von Apparaturen dienen *Stative* (Abb. 4), die bei der Aufstellung größerer Apparaturen mittels *Klammern und Muffen* an vorhandenen Laufschienen oder Bügeln befestigt werden. Ein Stativ besteht aus einem Eisenstab von 70 bis 150 cm Höhe und 10 bis 20 mm Stärke, der unten mit einer Platte oder einem Dreifußgestell fest verbunden oder darin festgeschraubt ist. Mittels *Muffen und Schrauben* (Abb. 5) können

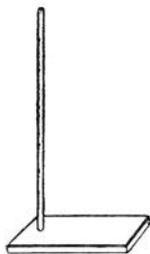


Abb. 4. Stativ.



Abb. 5. Muffe.

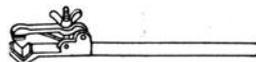


Abb. 6. Stativklemme.

an dem Stab alle möglichen Vorrichtungen zum Halten der Apparate angebracht werden, also *Stativklammern* (Abb. 6), *Kühlerklammern* (Abb. 7), *Eisenringe* (Abb. 8) usw. Die Muffen sind an das Stativ stets mit der offenen Seite nach oben einzuklemmen. Klammern sollen nur verwendet werden, wenn sie innen mit Korkplatten belegt sind oder die Greifer mit Schlauchstücken überzogen sind, um einen Bruch der einzuspannenden Glasgeräte zu vermeiden.

Als Untersatz beim Erhitzen von Schalen, Kolben, Bechergläsern usw. benutzt man eiserne *Dreifüße* (Abb. 9). Das Gefäß wird dabei auf ein *Drahtnetz*, ohne oder mit Asbesteinlage (Abb. 10), gestellt.

Zum Einstellen von Tiegeln während des Erhitzens verwendet man *Dreiecke aus Eisendraht*, der mit Ton- oder Quarzröhren umkleidet ist (Abb. 11).

Zum Anfassen großer Gegenstände dienen *Tiegelzangen* (Abb. 12) aus Eisen oder Nickel, für kleinere Gegenstände *Pinzetten*. Zum Zusammenhalten von Uhrgläsern verwendet man *Klemmen* oder *Spangen* (Abb. 13 und 14).

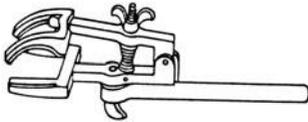


Abb. 7. Kühlerklammer.

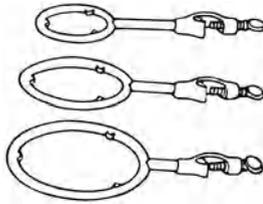


Abb. 8. Eisenringe.

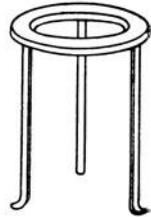


Abb. 9. Dreifuß.

Zum Festklemmen von Büretten dienen *Bürettenklammern*, die ein leichtes Herausnehmen der Büretten gestatten und meist doppelseitig, also für zwei Büretten ausgeführt sind (Abb. 15).

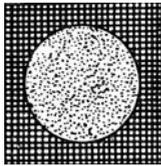


Abb. 10. Drahtnetz mit Asbesteinlage.

Zum Entnehmen fester Substanzen werden *Spatel* oder *Löffel* oder eine Kombination von beiden aus Nickel, Messing, Kupfer, Porzellan oder Horn verwendet (Abb. 16).

2. Holzgeräte. Zum Abstellen von Rundkolben und Schalen dienen *Ringe* von verschiedener Größe aus Holz (Abb. 17). In jedem Laboratorium sollen verschieden starke *Holzklötze* vorhanden sein, um Apparateile, besonders Bechergläser und Kolben auf eine bestimmte Höhe zu stellen.

Als *Reagenzglashalter* werden Blechspangen oder Holzklammern (ähnlich den Wäscheklammern), die durch eigene Federung festhalten, verwendet (Abb. 18).

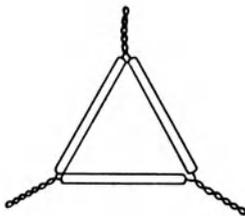


Abb. 11. Tondreieck.



Abb. 12. Tiegelzange.

Zum Abtropfen gewaschener Glasgeräte benutzt man sog. *Abtropfbretter* (Abb. 19), d. s. schräggestellte Bretter mit mehreren Reihen senkrecht oder schräg

befestigter Zapfen, über die die Gläser umgekehrt gestülpt werden. Einen ähnlichen Zweck erfüllt das *Reagenzglasgestell* (Abb. 20).

Bürettengestelle aus Holz dienen zur Aufnahme mehrerer Büretten nebeneinander.

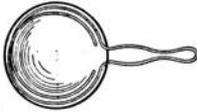


Abb. 13. Uhrglasklemme.

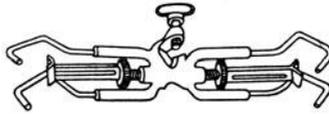


Abb. 15. Bürettengkammer.



Holzringe.

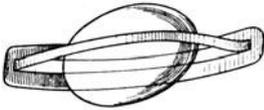


Abb. 14. Uhrglasspange.

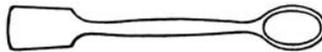


Abb. 16. Spatel-Löffel-Kombination.

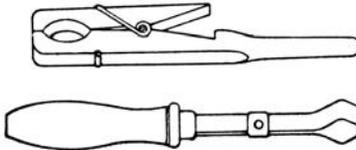


Abb. 18. Reagenzglashalter.

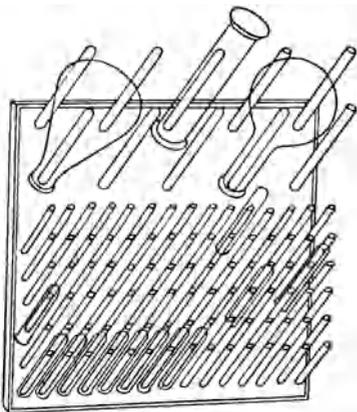
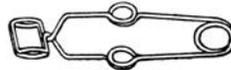


Abb. 19. Abtropfbrett.

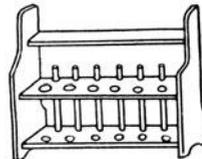


Abb. 20. Reagenzglasgestell.

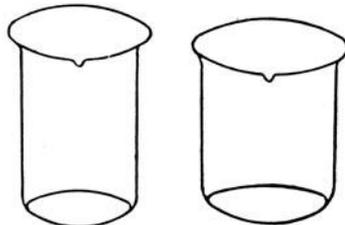


Abb. 21. Bechergläser.

3. Glasgeräte. *Bechergläser* (Abb. 21) in verschiedenen Größen und Formen mit und ohne Ausguß sind die meist gebrauchten Glasgeräte. Die niedrige Form eignet sich gut zum Erhitzen

auf dem Wasserbad, da sich solche Bechergläser besser erwärmen lassen. Für Arbeiten mit Niederschlägen sind die hohen Bechergläser zu empfehlen.



Abb. 22. PHILIPPS-Becher.



Abb. 23. ERLLENMEYER-Kolben.



Abb. 24. Stehkolben.



Abb. 25. Rundkolben.

Den Übergang zu den Kolben bilden die konischen Bechergläser oder PHILIPPS-Becher (Abb. 22), in denen sich die Niederschläge weniger stark an den Wänden festsetzen.



Abb. 26. Extraktionskolben mit umgebogenem und aufgelegtem Rand.



Abb. 27. WALTER-Kolben.

Die ERLLENMEYER-Kolben (Abb. 23) haben infolge der geraden Wand gegenüber den Rundkolben den Vorteil, daß sich Niederschläge leicht mit einem Glasstab herausbringen lassen.

Die Kochkolben können sein: Stehkolben (Abb. 24) mit ebenem Boden, oder Rundkolben (Abb. 25) mit gewölbtem Boden und



Abb. 28. KJELDAHL-Kolben.



Abb. 29. Meßflasche nach STIFT.



Abb. 30. Meßflasche nach KOHLRAUSCH.



Abb. 31. Reagenzglas.

meist langem, zylindrischem Hals. Letztere werden überall dort verwendet, wo der Kolbeninhalt bis auf einen kleinen Rest weggekocht wird, sowie beim Arbeiten im Vakuum.

Kolben mit kurzem, weitem Hals dienen als *Extraktionskolben*. Der Rand der Kolben kann je nach dem Verwendungszweck umgebogen oder aufgelegt sein (Abb. 26).

Birnenförmige Kolben mit kurzem, weitem Hals sind die sog. *WALTER-Kolben* (Abb. 27). Sie werden für präparative Arbeiten verwendet, da sie infolge des weiten Halses einen leichten Einbau von Rührer und Thermometer und anderen Apparateteilen gestatten und ein leichtes, vollständiges Entleeren begünstigen.



Abb. 32. Abdampfschale aus Glas.

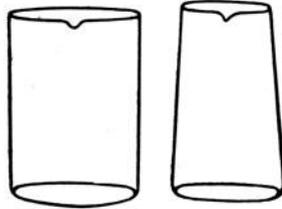


Abb. 33. Filtrierstutzen.

Kolben für besondere Zwecke: *Kolben mit Tubus* dienen als Vorlagen.

KJELDAHL-Kolben aus schwer schmelzbarem Glas, sind birnenförmig und mit langem Hals gestaltet und können mit direkter Flamme erhitzt werden (Abb. 28).

Für bestimmte Meßzwecke werden *Meßflaschen nach STIFT* (Abb. 29) und *nach KOHLRAUSCH* (Abb. 30) benutzt.

Für kleine Versuche und Proben dienen die *Probier- oder Reagenzgläser* (Abb. 31). Diese müssen beim Erhitzen in der direkten Flamme etwas schief gehalten werden und die darin



Abb. 34. Abdampfschale aus Porzellan.



Abb. 35. Tiegel, breite Form.



Abb. 36. Tiegel, schlanke Form.



Abb. 37. Tiegel, hohe Form.

befindliche Flüssigkeit muß durch kurzes ruckartiges Bewegen stets in Bewegung gehalten werden, da sonst leicht stoßweises Überkochen eintreten kann. Siedeverzug wird auch verhindert, wenn mit der Erwärmung des oberen Teiles der Flüssigkeit begonnen wird.

Gefäße werden mit *Glasplatten* oder *Uhrgläsern* bedeckt.

Für das Eindampfen von Flüssigkeiten verwendet man *Abdampfschalen* (Abb. 32) mit rundem oder flachem Boden.

Filtrierstutzen zeigen die gleiche Form wie Bechergläser, bestehen aber aus starkwandigem Glas (Abb. 33).

4. Porzellangeräte. Zum Eindampfen von Flüssigkeiten verwendet man *Abdampfschalen* (Abb. 34) mit glasierter oder unglasierter Oberfläche.

sierter Außenwand. Schalen mit gewölbtem Boden sind gegen schroffen Temperaturwechsel beständiger als solche mit flachem Boden.

Tiegel in verschiedenen Formen dienen zum Veraschen und Glühen von Niederschlägen. Man unterscheidet drei Hauptformen: die breite oder Berliner Form (Abb. 35), die schlanke oder halbhohle Meißener Form (Abb. 36) und die hohe Form (Abb. 37). Die breite Form gestattet der Luft guten Zutritt. Zum Verschießen dienen Deckel, die mit einem Rand über den Tiegelrand greifen und als Griff eine Öse besitzen.

5. Sonstiges. Über *Platingeräte* (Tiegel, Schalen, Drähte) siehe im Kapitel „Reinigen von Laboratoriumsgeräten“ (S. 32).

Gummischläuche werden je nach dem Verwendungszweck in verschiedener Größe und Ausführung geliefert. Vakuumschläuche haben enges Volumen und große Wandstärke, Druckschläuche besitzen eine Stoffeinlage.

C. Werkstoffe.

Die richtige Behandlung der Laboratoriumsgeräte bedingt eine gute Kenntnis der Eigenschaften jener Werkstoffe, aus denen die Geräte hergestellt sind.

a) Glas. Glas wird hergestellt durch Zusammenschmelzen von Quarzsand, Soda (bzw. Pottasche oder Glaubersalz) und Kalkstein bei 1300 bis 1400°. Es ist eine amorphe, durchsichtige, ziemlich wasser- und luftbeständige Masse, welche in festem Zustand spröde, hart, flüssigkeits- und gasundurchlässig ist. Es ist ein schlechter Leiter für Wärme und Elektrizität. Glas erweicht bei etwa 500° (Jenaer Glas) und schmilzt bei 1000 bis 1100°. Von Alkalien wird es angegriffen.

Glas für chemische Geräte muß widerstandsfähig gegen chemische Einflüsse und starken Temperaturwechsel sein. Dies wird erreicht durch besondere Zusätze bei der Herstellung (Baryt, Zinkoxyd, Bor- und Kieselsäure), ferner durch langsames Abkühlen und meist dünnwandige Ausführung, da dünnwandige Gläser im allgemeinen widerstandsfähiger gegen plötzlichen Temperaturwechsel sind als starkwandige.

Von verschiedenen Herstellerfirmen werden verschiedene Gläser für chemische Zwecke mit genau bekannten Eigenschaften in den Handel gebracht.

b) Quarz. Quarzgläser, z. B. Tiegel, Schalen, Röhren, Kolben und andere, werden durch Schmelzen von reinem Quarzsand im Knallgasgebläse oder elektrischen Widerstandsofen bei 1800° hergestellt. Sie sind durchsichtig wie Glas oder durch viele Luftbläschen milchig trüb. Sie sind in hohem Maße unempfindlich gegen schroffen Temperaturwechsel.

c) Porzellan. Das Rohmaterial, der Kaolin oder die Porzellanerde, wird nach entsprechenden Vorbereitungen geformt und schließlich zweimal gebrannt (bei 900° und dann nach dem Glasieren bei 1410 bis 1480°).

Porzellan ist sehr hitzebeständig, es verträgt Temperaturen von 1400 bis 1800°.

d) Kork. Kork ist die Rinde der in Spanien, Südfrankreich und Algier verbreiteten Korkeiche.

Guter Kork muß dicht sein, er darf keine Risse und größere Poren besitzen.

e) Gummi. Gummi wird aus dem Saft tropischer Bäume gewonnen. Der erhaltene Rohgummi ist jedoch unbrauchbar, da er bereits bei 0° spröde, bei 120° schon klebrig wird und bei 125° schmilzt. Um ihn beständiger und elastisch zu machen, wird er vulkanisiert, d. h. er wird nach dem Vermischen mit Schwefel auf 115 bis 145° erhitzt.

Gummi darf nicht unmittelbar mit organischen Lösungsmitteln oder deren Dämpfen in Berührung kommen, da er von den meisten angegriffen wird.

Der künstliche Gummi „Buna“ ist bedeutend beständiger und widerstandsfähiger gegen chemische Reagenzien und Öle.

f) Asbest. Asbest ist ein in der Natur vorkommendes Mineral. Er ist feuerbeständig, besitzt schlechtes Leitvermögen für Wärme und Elektrizität und hat eine große Säurebeständigkeit.

g) Holz. In Betracht kommen: Kiefer, Pitchpine (amerikanische Pechkiefer), Fichte, Tanne, Eiche, Lärche.

h) Metalle. Eisen wird aus den Eisenerzen durch Schmelzen mit Koks im Hochofen gewonnen. Gegen das erhaltene Gußeisen, das über 1,7% Kohlenstoff enthält, dürfen keine Schläge geführt werden, da es infolge seiner Härte und Sprödigkeit leicht bricht.

Durch das sog. „Frischen“, das ist ein Erhitzen des Eisens bis zum Schmelzen unter Einblasen von Luft, wird ein Teil des Kohlenstoffes verbrannt und es entsteht Schmiedeeisen. Dieses hat eine größere Zähigkeit und Festigkeit. Sein Schmelzpunkt liegt bei 1500°, es erweicht aber schon weit unterhalb des Schmelzpunktes und kann in diesem Zustand durch Hämmern und Pressen bearbeitet werden.

Eisen verändert sich an trockener Luft nicht, in feuchter dagegen rostet es. Schmiedeeisen rostet stärker als Gußeisen.

Eisenlegierungen sind Gemische von Eisen mit verschiedenen anderen Metallen. Sie sind oft spröder und härter als ihre Bestandteile und werden von chemischen Stoffen nicht so stark angegriffen. Solche Zusatzmetalle zum Eisen sind: Chrom, Nickel, Mangan, Vanadin, Wolfram, Molybdän. Durch zunehmenden Chrom- und Nickelgehalt steigt vor allem die chemische Widerstandsfähigkeit. Der Kruppsche V2A-Stahl enthält z. B. 0,25% Kohlenstoff, 20% Chrom und 7% Nickel.

Kupfer ist mäßig hart und sehr geschmeidig. Es besitzt eine ausgezeichnete Leitfähigkeit für Wärme und Elektrizität. Gegen feuchte Luft ist Kupfer widerstandsfähig. Seine wichtigsten Legierungen sind: Messing (Kupfer + Zink) und Bronze (Kupfer + Zinn).

Laboratoriumsgeräte aus Kupfer: Gefäße für Wasserbäder, Destillationsblasen, Kupferblech.

Nickel ist hart und läßt sich schmieden und schweißen. Es ist widerstandsfähig gegen Alkalien und sehr luftbeständig. Nickelgeräte: Tiegel, Tiegelzangen u. a.

Silber ist sehr widerstandsfähig gegen Wasser, Salzsäure und Alkalien. Es schmilzt schon bei 950°, darf daher nicht mit direkter BUNSEN-Flamme erhitzt werden. Hauptsächlichste Verwendung für Silbertiegel und -schalen.

Blei ist weich und biegsam, besitzt wenig Festigkeit, ist aber

besonders schwefelsäurebeständig. Blei ist giftig! Verwendung: Bleileitungen für Dampf, Deckel für Schwefelsäuregefäße u. ä.

Platin ist eines der edelsten Metalle. Sein Schmelzpunkt liegt bei 1770°. Die richtige Behandlung von Platingeräten ist maßgebend für deren Lebensdauer.

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

Druckschriften der Firmen: Schott & Gen., Jena; Greiner & Friedrichs, Stützerbach.

3. Hilfsmittel beim Aufbau von Apparaturen.

A. Glasblasen.

Mit den einfachen Arbeiten des Glasblasens muß sich jeder durch Übung selbst vertraut machen. In folgendem ist daher nur eine kurze Anleitung zur Ausführung der wichtigsten Glasbläserarbeiten gegeben.

1. Hilfsvorrichtungen für das Glasblasen. a) Gebläselampen. Die Gebläselampe muß sich so einstellen lassen, daß alle Übergänge zwischen feiner Stichflamme und einer großen, rauschenden Flamme erhalten werden können. Sie besteht aus einem weiten Rohr, das eine kleinere Röhre enthält, durch welche die Luft zugeführt wird. In das äußere Rohr tritt durch eine Zuführung das Gas ein. Durch eine aufgeschraubte, vorn abgerundete Hülse wird das Gas von allen Seiten quer in den Luftstrom hineingetrieben, ehe es zur Verbrennung gelangt. Durch Regulierung des Gas- und Luftzutrittes und Verschieben der Hülse erhält man die verschiedensten Flammen, und zwar wird durch Herausziehen der Hülse eine Stichflamme erzeugt, während bei zurückgeschobener Hülse breite Flammen erzielt werden. Um die Gebläselampe nach verschiedenen Richtungen zu lenken, ist die Lampe mit dem Fuß durch ein Kugelgelenk verbunden (Abb. 38).



Abb. 38. Gebläselampe.

b) Gebläse. Für das Glasblasen wird ein dauernder, gleichmäßiger und nicht zu schwacher Luftstrom benötigt.

Beim einfachen *Blasebalg*, der aus zwei mittels Gummi oder Leder an den Rändern verbundenen Brettern besteht, wird durch Auf- und Niederbewegen des einen Teiles Luft durch vorhandene Klappen angezogen und diese in einen mit dem Blasebalg verbundenen Windkasten gedrückt. Die Betätigung erfolgt meist durch Treten auf ein bewegliches Trittbrett.

Vorteilhafter ist die Verwendung eines automatischen Gebläses. Zur Herstellung eines solchen kann die in jedem Laboratorium vorhandene Wasserstrahlpumpe verwendet werden.

Das *Wasserstrahlgebläse* besteht aus folgenden Teilen (Abb. 39):

Eine Wasserstrahlpumpe wird durch einen Gummistopfen in eine größere Flasche von 2 bis 3 l Inhalt, die nahe dem Boden tubuliert ist, eingesetzt. *E* ist ein kurzes Rohr zur Entnahme der Druckluft. Durch den unten befindlichen Tubus führt ein Glasrohr, das in einen mit Quetschhahn versehenen Gummischlauch endet.

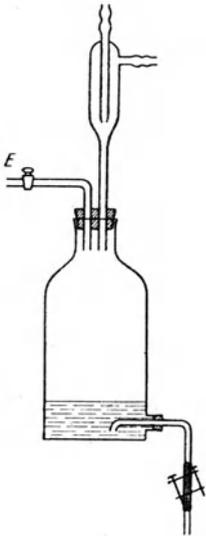


Abb. 39. Selbstangefertigtes Wasserstrahlgebläse.

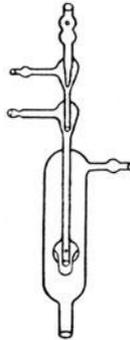


Abb. 40. Wasserstrahlgebläse.

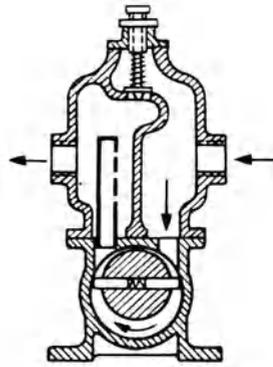


Abb. 41. Maschinelles Druckluftgebläse (Schema).

so saugt sie durch den seitlichen Ansatz Luft an, welche durch *E* in dauerndem, gleichmäßigem Strom wieder austritt. Das Wasser fließt durch das im Tubus eingesetzte Rohr ab. Der Abfluß kann durch einen Schraubenquetschhahn reguliert werden, so daß das Ende des Rohres in der Flasche immer in das Wasser eintaucht, damit hier keine Luft verlorengehen kann. Die erhaltene Druckluft steht unter zirka $\frac{1}{2}$ at. Wasserstrahlgebläse dieser Art, aber aus einem Stück bestehend, werden auch von verschiedenen Firmen fertig geliefert (Abb. 40).

Ferner kann die Druckluft aus *Stahlflaschen* entnommen werden, in diesem Falle muß ein Druckreduzierventil vor die Gebläselampe geschaltet werden.

Von verschiedenen Herstellerfirmen werden rein *maschinelle Druckluftgebläse* geliefert. Die Beschreibung eines solchen (Arthur Pfeiffer, Wetzlar) soll hier wiedergegeben werden (Abb. 41).

Der Kolben mit den beiden Schiebern ist in dem Zylinder exzentrisch gelagert, so daß bei der Drehung des Kolbens der Zylinderraum in Saug- und Druckraum (mit wechselndem Inhalt) geteilt wird. Dadurch wird die Luft angesaugt und verdichtet. Der obere Teil funktioniert als Windkessel und besitzt eine Ansaug- und eine Auspufföffnung, die aber voneinander durch eine Scheidewand getrennt sind. Der Ölabscheider scheidet mitgerissenes Öl ab. Im oberen Teil des Windkessels ist ein Drucksicherheitsventil mit Einstellschraube angebracht, durch das überschüssige Luft in die Ansaugleitung zurücktreten kann. Der Antrieb des Kolbens erfolgt durch Elektromotor.

c) Hilfsflammen. Als solche dienen der gewöhnliche *BUNSEN-Brenner* und der *Schlitz-* oder *Fischschwanzbrenner* (als Aufsatz auf den *BUNSEN-Brenner*), der eine flache, breite Flamme erzeugt (Abb. 174c, S. 136).

d) Glasmesser. Zum Anritzen von Glasrohren und Glasstäben dienen die *Glasmesser*. Ebenso wirkt ein Stück Stahlblech, dessen eine Längskante zu einer scharfen Schneide geschliffen wurde. Das Glasmesser darf in der Flamme nicht erhitzt werden (auch nicht als Notbehelf zum Auftreiben oder Schließen von Glasrohren), da es dadurch seine Härte verliert. Den gleichen Zweck erfüllen *Dreikantfeilen*.

e) Ausweiter. Zum Ausweiten und Rändern von Glasrohren verwendet man Holzkohlenstücke mit verschieden zugespitzten Enden (Abb. 42).



Abb. 42. Ausweiter aus Holzkohle.

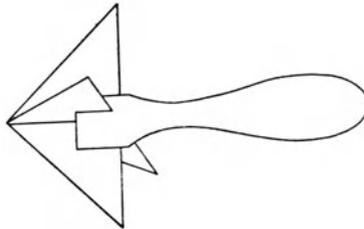


Abb. 43. Ausweiter aus Messingblech.

(Aus abgerundeten Bogenlampenkohlen selbst herstellbar.) Dem gleichen Zweck dienen Eisenstäbe, eventuell in Holzgriffe gefaßt, die man vorteilhaft mit Wachs oder Paraffin schwach

einfettet, um ein Anhaften des Metalls an das Glas zu verhindern. Für größere Glasrohre verwendet man Ausweiter aus Messingblech, das in Kreuzform gefaltet wird (Abb. 43). Man kann sich ein solches Instrument auch durch Zusammenlöten von Kupferdrähten selbst anfertigen.

f) Sonstige Hilfsmittel. *Eisenblech* zum Flachdrücken von heißem Glas. Zum Schließen von Rohrenden verwendet man Kork-

oder Gummistopfen (kleine Stopfen durch Ausschneiden mit einem scharfen Korkbohrer herstellen).

Zum Ablegen heißer Glasteile dient eine mit trockenem Sand gefüllte Schale.

Zum Abmessen der Rohrlängen soll ein Maßstab bereitliegen.

2. Die Flammen der Gebläselampe. Die *Stichflamme* entsteht beim Zutritt von wenig Gas und viel Luft. Die entstehende Flamme ist sehr lang und sehr spitz. Sie ist nichtleuchtend und wird bei kräftigem Luftzutritt sehr heiß. Die Spitze enthält viel Sauerstoff und wirkt daher oxydierend.

Die *Brauseflamme* entsteht bei starkem Gaszutritt und reichlicher Luftzufuhr. Sie ist nichtleuchtend und von großer Ausdehnung. Nur die äußerste Spitze wirkt oxydierend. Die höchste Temperatur wird an der Spitze des mittleren Flammenkegels erreicht.

Die *rußende Flamme* entsteht bei starkem Gaszustrom und geringem Luftzutritt. Sie ist leuchtend und rußend und dient zum Anwärmen und Abkühlen des Glases.

3. Das Glasmaterial. Wir unterscheiden zwischen *Biegeröhren* mit einer Wandstärke von zirka einem Sechstel des inneren Durchmessers, *Blaseröhren* mit verhältnismäßig geringer Wandstärke und *Kapillarrohren* mit sehr engem Lumen.

Der Glasfluß muß möglichst blasenfrei sein. Das streifige Aussehen mancher Rohre rührt von zurückbleibenden Bläschen her, die bei der Herstellung der Rohre zu feinen Kanälen ausgezogen worden sind.

Glasrohre sollen außerdem gerade, zylindrisch und von gleichmäßiger Wandstärke sein.

Manche Gläser (leicht schmelzbare Natrongläser) werden, wenn sie längere Zeit gelagert wurden, beim Erhitzen matt, undurchsichtig und rauh. Diese Eigenschaft wird als „Entglasen“ bezeichnet. Das amorphe Glas geht dabei in den kristallinen Zustand über. Solches Glas kann nur schwer verschmolzen werden. Der ursprüngliche Zustand ist entgegen vieler Rezepte nur unvollkommen wiederherzustellen.

Gutes Glas muß in der Flamme längere Zeit teigig bleiben, es darf also nicht zu rasch erweichen, muß aber andererseits außerhalb der Flamme längere Zeit weich bleiben.

4. Reinigen von Glasröhren. Wichtig ist die Reinigung der Glasröhren vor der Verarbeitung. Zu diesem Zweck wird ein Stückchen feuchte Baumwolle, Papier oder ein Wattebausch durch die Röhre gezogen bzw. gestoßen. Bei engen Röhren bindet man einen Bindfaden um den Wattebausch und zieht diesen mehrmals durch das Röhrchen.

Größere Verunreinigungen werden durch Chrom-Schwefel-

säure entfernt. Das Rohr muß dann noch gut mit Wasser nachgespült und getrocknet werden. Das Trocknen geschieht durch Durchsaugen von trockener Luft (Anschließen an eine Saugpumpe, wobei das andere Rohrende leicht durch Watte zum Schutz gegen Einsaugen von Staub verschlossen wird), durch vorsichtiges Anwärmen oder durch Nachspülen mit Alkohol und schließlich Äther, der leicht verdampft (bei größeren Röhren Vorsicht, Explosionsgefahr!).

Auch die Außenseite der Glasröhren muß gründlich gereinigt werden.

5. Schneiden von Glasröhren und Glasstäben. Um eine glatte Abtrennung eines Glasrohr- oder Glasstabstückes zu ermöglichen, muß seine Oberfläche *angeritzt* werden. Das Rohr wird gegen die Schneide eines Glasmessers oder gegen eine Dreikantfeile gedrückt und dabei langsam gedreht (zirka ein Sechstel des Umfanges). Wenn möglich, soll das Rohr dabei in der Hand gehalten werden, da man auf diese Weise den Druck besser beurteilen kann als beim Auflegen des Rohres auf eine Tischplatte. Keinesfalls aber darf eine sägende Bewegung ausgeführt werden, da dadurch eine große Zahl feiner Auszackungen entsteht. Der Ritz muß tief sein, nicht etwa flach und breit.

Brechen kann man eine Röhre nur, wenn zu beiden Seiten des Ritzes genügend Platz vorhanden ist, um die Röhre bequem anzufassen. Man faßt sie so, daß der Feilstrich gegen die Brust gerichtet ist und die beiden Daumen etwa einen Finger breit vom Strich entfernt der Länge nach an der Röhre liegen. Nun wird mäßig in der Längsrichtung gezogen, ein klein wenig nach außen, so als ob man den Riß noch weiter öffnen wollte.

Bei starkwandigen Röhren muß man um den ganzen Umfang anritzen. Es ist ratsam, die Glasröhre vor dem Brechen an der Sprengstelle in ein Tuch einzuschlagen, um Schnittwunden bei einem eventuellen Ausrutschen zu vermeiden.

Sind die Enden zu kurz oder handelt es sich um sehr weite Röhren, muß die Abtrennung durch *Absprengen* geschehen.

Das Absprengen kann auf verschiedene Weise durchgeführt werden:

a) Durch *direkte* Flammenwirkung für Glasstäbe und dickwandige Röhren von nicht zu großem Durchmesser. Man ritzt das Glasrohr um den ganzen Umfang tief und scharf an und richtet gegen diesen Ritz eine ganz feine Stichel- oder Stichel-Flamme, wobei man das Rohr sehr rasch dreht.

b) Mit Hilfe eines heißen *Glastropfens*, anwendbar bei gewöhnlichen Blaseröhren. Das Rohr wird scharf angeritzt und die Stelle

mit einer zum Schmelzen erhitzten Spitze eines ausgezogenen Glasrohres berührt. Der heiße Glastropfen wird an der Ritzstelle langsam breitgedrückt. Wichtig ist, daß der erhitzte Glastropfen klein ist, damit das Rohr nicht nach verschiedenen Stellen ausspringt.

c) Mittels eines *Drahhakens* für sehr weite Röhren oder Glasflaschen. Ein Eisendraht, der an einem Ende zu einem halbkreisförmigen Haken (von gleichem Durchmesser wie das Rohr!) gebogen ist, wird so festgeklemmt, daß die Öffnung nach oben gerichtet ist, und zur Rotglut erhitzt. Die Ritzstelle des scharf angeritzten Rohres wird in den Haken gelegt und das Rohr langsam darin gedreht. Der Abtrennung der beiden Stücke kann man gegebenenfalls nachhelfen, indem man die nun heiße Ritzstelle mit dem angefeuchteten Finger betupft.

d) Durch einen *brennenden Faden* für sehr dicke Röhren und Flaschenböden. Ein Faden, der mit Terpentinöl getränkt wurde, wird locker um das Rohr gewickelt und angezündet. Die so erhitzte Zone wird nun plötzlich abgekühlt, wodurch ein Sprung entsteht. Dann genügt meist ein leichtes Klopfen um die Abtrennung zu erzielen.

e) Zwischen *Papierwülsten*. Zirka $1\frac{1}{2}$ cm breite, feuchte Filtrierpapierstreifen werden zu beiden Seiten dicht neben der Ritzstelle aufgewickelt, so daß zwei Wülste entstehen. Nun wird die Ritzstelle über einen Brenner oder vor eine Stichflamme gebracht, wodurch sich ein glatter Sprung um das Rohr bildet.

f) Mit Hilfe des *elektrischen* Stromes für große Glasrohre. Das ringsum angeritzte Rohr wird genau auf der Ritzlinie mit einem Chromnickeldraht von zirka 0,4 mm Durchmesser umwickelt, der dann elektrisch solange zum Glühen erhitzt wird, bis das Glasrohr von selbst abspringt, was auch bei sehr starkwandigen Rohren höchstens $\frac{1}{2}$ bis 1 Minute dauert. Der erforderliche Strom von 6 bis 10 Ampere wird unter Vorschaltung eines geeigneten Widerstandes dem Stromnetz entnommen. Der Glühdraht wird schwach gespannt gehalten, wobei Kurzschluß natürlich zu vermeiden ist.

6. Abrunden von Glasstäben und Röhrenenden. Die scharfen Ränder, die beim Abschneiden von Glasstäben und Glasröhren entstehen, sind Ursachen von Verletzungen an den Händen und zerschneiden Stopfen und Schläuche. Die Ränder werden daher durch eine feine Feile etwas geglättet oder durch *Abschmelzen* in der Flamme abgerundet. Zu diesem Zweck wird das Ende des Glasstabes oder der Glasröhre schräg gegen die Flamme gehalten und unter Drehen so lange erhitzt, bis die Ränder eben anfangen weich zu werden (Erkennen am beginnenden Leuchten des Glases).

Die beim Absprengen weiter oder starker Röhren manchmal

auftretenden zackigen Ränder werden durch *Abkneipen* entfernt. Hierzu dient ein Abkneiper (Abb. 44), oder behelfsmäßig ein Schlüssel, der auf die Rohrwandung passende Einschnitte besitzt (Abb. 45). Der Abkneiper wird mit dem Einschnitt auf das vor-

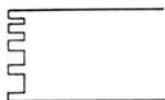


Abb. 44. Abkneiper.

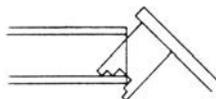


Abb. 45. Abkneipen mit Hilfe eines Schlüssels.

stehende Glasrohrstück aufgesetzt und dieses abgebrochen. Man kneipt jedesmal nur ein ganz kleines Stück Glas ab, da sonst leicht tiefere Sprünge entstehen können.

Die scharfen Ränder an Glasplatten oder abgesprengten weiten Röhren werden durch vorsichtiges Raspeln mit einem etwas grobmaschigen Drahtnetz abgeschliffen.

7. Biegen von Glasröhren. a) *Anwärmen des Glases.* Um ein Springen des Glases zu vermeiden, muß es kurze Zeit in der heißen Luft vor der Flamme bewegt und unter ständigem Drehen erst allmählich in die Flamme selbst gebracht werden.

Man muß bestrebt sein, mit einer möglichst kleinen Flamme auszukommen. Auch darf ein und dieselbe Stelle des Glases nicht zu oft erhitzt werden, da hierdurch das Glas unbrauchbar wird.

b) *Kühlen des heißen Glases.* Heiße Glasröhren kühlen sich beim Herausnehmen aus der Flamme an allen Stellen verschieden rasch ab. Dadurch treten Spannungen im Glas auf, die zu Sprüngen führen können. Es ist daher nötig, heißes Glas ganz regelmäßig und langsam abzukühlen. Dies erreicht man meist schon durch Einhalten desselben in eine rußende Flamme, und zwar so lange, bis es ganz mit Ruß überzogen ist, dann wird es auf dem Tisch festgesteckt, so daß die heißen Teile nirgends aufliegen.

c) *Biegen normaler Biege- und Blaseröhren.* Verwendet wird zum Erhitzen der Biegestelle eine Flamme von 4 bis 6 cm Breite (Schlitzbrenner). Bei zu geringer Länge des erhitzten Rohrstückes knickt das Rohr an der Innenseite der Biegung leicht ein.

Während des Erhitzens wird das Rohr auf beiden Seiten gehalten und dauernd in der Flamme gedreht, so daß es gleichmäßig heiß wird. Die Stelle, an der die Biegung liegen soll (vorher anzeichnen), befindet sich dabei in der Mitte der Flamme.

Das erweichte Rohr wird außerhalb der Flamme bis zum gewünschten Winkel gebogen, und zwar wird jene Seite, die zuletzt der Flammenhitze ausgesetzt war (die daher etwas heißer und weicher ist), den inneren Teil der Biegung bilden.

Wenn das Rohr überhitzt und daher zu weich ist, fallen die Wände zusammen. Ist das Rohr zu wenig oder ungleichmäßig erhitzt, kann es während des Biegens leicht brechen. Sollten, was bei dünnen Röhren oft nicht zu vermeiden ist, im Rohr kleine Knicke entstehen, so bläst man während des Biegens vorsichtig Luft ein, während das andere Ende des Rohres verschlossen gehalten wird. Die Schenkel des gebogenen Rohres müssen in einer Ebene liegen.

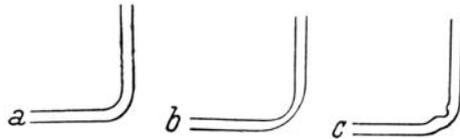


Abb. 46. Biegen von Glasröhren.
a richtig, b und c falsch.

d) Biegen weiter Röhren. Weite Röhren werden mit trockenem Streusand gefüllt und mit Stopfen verschlossen. Das Rohr kann dann während des Biegens nicht zusammenfallen. Dabei ist aber darauf zu achten, daß beim Erhitzen der Sand nicht am Glase festbäckt.

Sehr weite Röhren müssen in der Gebläseflamme gebogen werden. Die Röhre wird an der Biegungsstelle mit einer möglichst großen Brauseflamme erhitzt. Nach dem Weichwerden schiebt man die Röhre etwas zusammen und wiederholt dies öfters, bis eine hinreichende Menge Glas zum Biegen beisammen ist. Dann läßt man die Röhre außerhalb der Flamme ein klein wenig abkühlen und zieht das verdickte Stück aus, indem man gleichzeitig die gewünschte Biegung ausführt. Dabei bläst man in die Röhre, um ein Zusammenfallen zu verhindern.

8. Ausziehen von Röhren. Der betreffende Teil des Glasrohres wird unter ständigem Drehen gleichmäßig erhitzt, bis sich die erweichten Teile ein wenig verdicken. Dann zieht man außerhalb der Flamme unter fortgesetztem Drehen beider Enden so weit, als es der Zweck erfordert, auseinander. Soll eine Spitze entstehen, so schneidet man die Röhre an der verengten Stelle ab. Die Spitze muß genau im Mittelpunkt der Rohrachse liegen.

9. Rändern von Röhrenenden. Unter dauerndem Drehen wird das Röhrenende bis zum Weichwerden erhitzt und dann außerhalb der Flamme eine zugespitzte Kohle, ein Blechstreifen oder ein Aufweiter in die Mündung eingeführt. Das Rohr wird nun unter gleichzeitigem, gleichmäßigem Drehen schwach an den Aufweiter

angedrückt, wodurch der Rand umgelegt wird. Dieser Vorgang muß einige Male wiederholt werden. Nach Beendigung wird nochmals erwärmt und langsam abgekühlt.

10. Schließen von Röhrenenden. a) Enge Röhren. Das Röhrenende wird unter dauerndem Drehen so lange erhitzt, bis sich die Ränder zu einer Kuppe schließen. Soll der Abschluß flach sein, so drückt man die erweichte Kuppe leicht auf eine Eisenplatte und kühlt in der rußenden Flamme.

b) Weite Röhren. Das Rohr wird nahe dem Ende an einer Stelle, die in ihrer Ausdehnung ungefähr der Größe des Durchmessers der Röhre entspricht, unter gleichmäßigem Drehen so lange erhitzt, bis das Glas beginnt, sich an der Stelle etwas anzusammeln. Hierauf zieht man unter konstantem Drehen die beiden Enden vorsichtig auseinander, läßt etwas zusammenfallen, wobei die Wandstärke immer gleich bleiben muß. Ist die erhitzte Stelle bis zum Schließen zusammengefallen, wird rasch auseinandergezogen und der entstandene Glasfaden kurz abgeschmolzen. Der an der untersten Stelle, des zugeschmolzenen Röhrenendes haftende Glasknoten wird bis zur Rotglut erhitzt und mit einem etwas zugespitzten kalten Glasröhrchen berührt. Das weiche Glas bleibt daran haften, und man kann den größten Teil des überschüssigen Glases so abziehen. Die übrigbleibenden Reste werden auf das ganze Ende gleichmäßig verteilt, indem man das Ende bis zum Weichwerden erhitzt und langsam aufbläst, weiter erhitzt und wieder aufbläst, bis ein halbkugelförmiger Abschluß entstanden ist.

Um das Zusammenfallenlassen und kurze Ausziehen nahe dem Röhrenende durchführen zu können, wird ein Hilfsrohr von gleichem Durchmesser aufgesetzt, indem man beide Enden erhitzt und leicht zusammendrückt. Diese Verbindung muß immer warmgehalten werden, da sie besonders bei Abkühlung leicht wieder auseinanderfällt.

11. Öffnen von Röhren. Gegen die betreffende Stelle am Ende oder an der Seite einer Röhre wird nach dem Vorwärmen eine feine Stichflamme gerichtet, bis soviel Glas, als der gewünschten Öffnung entspricht, weich geworden ist. Durch Einblasen in die Röhre wird das erweichte Glas aufgeblasen. Die Stelle wird abermals erhitzt, wieder aufgeblasen, bis eine kleine Kugel entsteht, die entweder zerbrochen werden kann oder durch weiteres Aufblasen von selbst zerplatzt. Die entstandenen Ränder werden in der Flamme rundgeschmolzen.

12. Aufblasen von Glaskugeln. a) Am Ende einer Röhre. Das Röhrenende wird bis zum Schließen erhitzt, etwas aufge-

blasen, wieder erhitzt und aufgeblasen, bis sich eine genügende Menge weichen Glases angesammelt hat, die zu einer Kugel von gewünschter Größe aufgeblasen werden kann. Das Aufblasen muß außerhalb der Flamme geschehen, weil sonst die Gefahr besteht, daß das Glas zu einer unförmigen Gestalt aufgeblasen wird. Auch ist es vorteilhafter, eine Reihe kurzer Luftstöße einzublasen als einen dauernden Luftstrom.

b) In der Mitte einer Röhre. Das eine Ende der Röhre wird durch einen Stopfen verschlossen und durch Erhitzen an der Stelle, wo die Kugel entstehen soll, eine entsprechende Menge weichen Glases durch vorsichtiges Zusammenschieben und fortwährendes Drehen angesammelt. Dann werden rasch hintereinander kurze Luftstöße eingeblasen, während die Röhre waagrecht gehalten und immer gedreht wird.

13. Aneinanderschmelzen von Röhren in der Längsrichtung. Bei Verwendung der gleichen Glassorte ist ein direktes Aneinanderschmelzen möglich; handelt es sich um verschiedene Glassorten, ist es besser, die beiden Teile durch ein kurzes Stück „Zusammenschmelzglas“ zu verbinden.

Glas kann nur an frischen Bruchstellen miteinander verschweißt werden (frische Bruchstellen nicht mit der Hand berühren!).

a) Die beiden Röhren besitzen gleichen Durchmesser. Ein Ende wird mit einem Korkstopfen verschlossen, das andere Ende und das Ende der anzusetzenden Röhre werden in einer kleinen Flamme unter gleichmäßigem Drehen bis eben zum Weichwerden erhitzt (es sollen nur die Bruchflächen geschmolzen sein). Außerhalb der Flamme bringt man die beiden Enden zur Berührung, wodurch ein Aneinanderhaften (eventuell durch Anwendung eines minimalen Druckes) stattfindet, wobei sich aber das Glas nicht verdicken darf. Im Augenblick des Haftens ist es sogar angezeigt, ein klein wenig auseinanderzuziehen. Nun wird sofort eine möglichst kleine Stichflamme unter konstantem Drehen der Röhre gegen die Vereinigungsstelle gerichtet und außerhalb der Flamme vorsichtig bis zum ursprünglichen Durchmesser der Röhre aufgeblasen.

b) Die beiden Röhren besitzen ungleichen Durchmesser. Die enge Röhre wird so weit aufgeweitet, bis der entstandene Durchmesser des Röhrenendes dem Durchmesser der größeren Röhre gleich ist, oder man läßt die weitere Röhre bis zum Durchmesser der kleineren Röhre zusammenfallen und schweißt die Enden, wie vorher beschrieben, zusammen.

14. Seitliches Ansetzen von Röhren. (*Herstellung eines T-Stückes.*) Die eine Röhre wird an einem Ende durch einen

Stopfen verschlossen und seitlich durch Aufblasen eine Öffnung hergestellt, die nicht größer sein darf als der Durchmesser der anzusetzenden Röhre. Nun wird auch das andere Ende der Röhre verschlossen. Die am Ansatzende etwas erweiterte Ansatzröhre und die erste Röhre werden an ihren Ansatzstellen, die eben sein müssen, gleichmäßig erhitzt und außerhalb der Flamme zusammengesetzt. Dabei ist darauf zu achten, daß die Ansatzröhre genau auf den Rand der Öffnung aufgesetzt wird und kein Loch entsteht. Sollte letzteres doch eintreten, wird nochmals erhitzt und die Röhre gegen die betreffende Stelle hin geneigt oder man zieht mit einem kalten Glasstäbchen das stark erhitzte Glas über das Loch. Nun wird in die Ecken eine ganz feine Stichflamme gerichtet, die Schmelzstelle innig verschmolzen und vorsichtig aufgeblasen. Nochmaliges Erhitzen und langsame Kühlung sind auch hier erforderlich (Abb. 47).

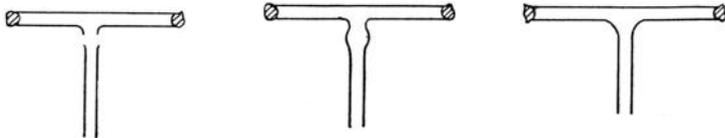


Abb. 47. Herstellung eines T-Stückes.

Ebenso werden *V-förmige Gabelungen* hergestellt. Die Röhre wird zu dem gewünschten Winkel gebogen, die Biegung geöffnet und die Ansatzröhre angeschmolzen.

15. Einschmelzen eines Platindrahtes. Man bringt den mit der Zange gefaßten Platindraht in einer Stichflamme zum Glühen und schiebt ihn in das frisch abgeschnittene und verengte Glasrohr ein, läßt ganz zusammenfallen, wobei sich jedoch der Draht nirgends an der inneren Rohrwand anlegen darf. Schließlich wird ein wenig am Draht gezogen und eventuell außerhalb der Flamme unter Drehen noch vorsichtig in das Rohrinne geblasen und der Draht ausgerichtet. Um ein späteres Abspringen des eingeschmolzenen Platins vom Glas (Auftreten von Spannungen) von vornherein zu verhindern, umwickelt man den etwas erhitzten Draht mit „Einschmelzglas“, schmilzt dasselbe auf dem Draht fest, so daß es einen Wulst bildet und verschließt mit diesem die Öffnung des Glasrohres.

B. Die Spritzflasche.

Spritzflaschen dienen zur Entnahme von Waschflüssigkeiten (Wasser, Alkohol u. a.). Ihre Wirkung beruht darauf, daß aus einer Vorratsflasche durch Drucksteigerung (Einblasen von Luft) die Flüssigkeit in ein Rohr mit feiner Öffnung getrieben wird, so daß ein Flüssigkeitsstrahl entsteht, der zum Waschen und Spülen dienen kann.

Man verwendet einen Kochkolben und einen doppelt durchbohrten Gummistopfen zur Aufnahme der gebogenen Glas-

röhren. Das Steigrohr ist oben in einem Winkel von 45 bis 60° gebogen und am äußeren Ende zu einer Spitze ausgezogen. Es reicht fast bis zum Boden des Kolbens. Das Ausflußrohr wird durch Zwischenschaltung eines Stückchen Gummischlauches zwischen Rohr und Spitze beweglich gemacht. Das Blasrohr reicht nur kurz bis unterhalb des Stopfens und ist oberhalb desselben in einem Winkel von 135 bis 120° gebogen. Die beiden oberen Schenkel der Röhren müssen in einer Geraden liegen (Abb. 48).

Soll die Spritzflasche für heiße Flüssigkeiten verwendet werden, umwickelt man den Hals des Kolbens zum Schutz gegen die Hitze beim Anfassen fest und eng mit Asbestschnur oder Spagat, verwendet Manschetten aus Kork oder Holz oder man zieht ein Stück Gummischlauch, das in seiner Weite dem Kolbenhals angepaßt sein muß über letzteren.

Ist die Spritzflasche mit heißem Wasser gefüllt, tritt beim Nachlassen des Blasedruckes ein Zurücksteigen von heißem Dampf in das Blasrohr und damit in den Mund ein. Die Spritzflasche ist daher, infolge der Gefahr von Verbrennungen nach dem Aufhören des Spritzens, sofort aus dem Munde zu nehmen. Dieser Gefahr kann auch durch Anbringung eines einfachen kurzen Röhrchens in einer dritten Bohrung des Stopfens entgegengetreten werden. Das Röhrchen wird während des Blasens durch den aufgelegten Daumen verschlossen, dann aber sofort wieder geöffnet, so daß der Dampf an dieser Stelle ausströmen kann. Eine andere Sicherung bildet das Anbringen eines BUNSEN-Ventils (Beschreibung siehe im Kapitel J, Sicherheitsvorrichtungen an Apparaturen, S. 40) am inneren Ende des Blasrohres.

Für übelriechende Stoffe benutzt man Spritzflaschen mit eingeschlifftem Glasstöpsel und Hähnen am Blas- und Steigrohr.



Abb. 48.
Spritz-
flasche.

C. Reinigen der Laboratoriumsgeräte.

1. Glas und Porzellan. Zur *mechanischen* Reinigung dienen *Rohrbürsten* verschiedener Größe, Federn und Holzstückchen (Abb. 49). Dabei findet gleichzeitig eine Spülung mit warmem Wasser statt. Ein Abkratzen mit Metalldrähten ist zu unterlassen (Beschädigung der Glaswände!). Führt die mechanische Reinigung nicht mehr zum gewünschten Erfolg, muß zu *chemischen* Mitteln gegriffen werden. Für anorganische Verunreinigungen dienen Salzsäure, Salpetersäure, Schwefelsäure. Dabei ist Vorsicht geboten (kein Wasser in die Säure gießen!); oft führt schon

längeres Stehenlassen der Gefäße mit diesen Säuren zum Ziele.

Für fettige Gefäße verwendet man Lauge, Chromschwefelsäure oder organische Lösungsmittel. Chromschwefelsäure ist eine Auflösung von Natriumbichromat (oder Kaliumbichromat) in konzentrierter Schwefelsäure. Sie ist anfangs braun, wird aber durch den Gebrauch grün und muß dann erneuert werden. Vorsicht bei ihrer Verwendung, sie wirkt als sehr starke Säure! Organische Lösungsmittel werden in Flaschen, die nur für diesen Zweck bereitgestellt sind, aufbewahrt. Das Lösungsmittel kann mehrmals benutzt und durch Destillation wieder gereinigt werden.

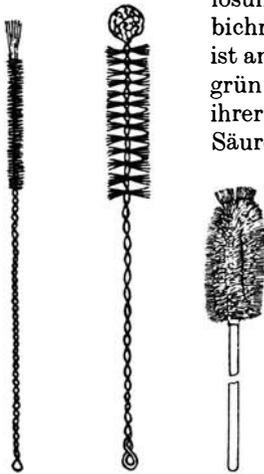


Abb. 49. Reinigungsbürsten.

Ein Nachspülen mit Wasser und schließlich destilliertem Wasser hat auf jeden Fall zu erfolgen. Die Gefäße müssen auch außen gereinigt werden. Trocknenlassen am Abtropfbrett oder durch Einstellen in einen Trockenschrank.

2. Eisen. Das Entrosten geschieht durch Abbürsten mit Drahtbürsten und Abschmireln. Verrostete Schrauben werden einige Zeit in Petroleum gelegt und dann abgebürstet. Zum Schutz gegen neuerliches Rosten, das durch die in der Laboratoriumsluft enthaltenen Säurespuren begünstigt wird, werden die Eisengeräte mit einem Rostschutzmittel behandelt.

Diesem Zweck dienen: Anstriche mit Asphaltlack, Aluminiumbronze (angerührt mit Firnis, Terpentinöl und eventuell als Verdünnungsmittel Toluol), Auftragen eines gut verriebenen Gemisches von 5 Teilen Paraffinöl und 8 Teilen wasserfreier Vaseline mit Hilfe eines Lappens. Metallgewinde müssen gut eingeölt werden.

3. Platin. Die Reinigung geschieht zumeist mit Chemikalien (mit Ausnahme von Königswasser und Chlor, denn diese greifen Platin an), und zwar Salzsäure, Schwefelsäure, Schmelzen von Kaliumbisulfat, Soda oder Kaliumnitrat im Platingeß. Über die Entfernung der Schmelze aus dem Platingeß siehe im Abschnitt: Hilfsoperationen bei analytischen Arbeiten (S. 122).

Eine eventuelle mechanische Reinigung kann mit Seesand (das ist ganz feiner Sand mit vollkommen runden Körnern) vorgenommen werden.

Schädlich für Platin sind:

- a) die rußende Flamme;
 - b) Carbide, Phosphide, Silicide;
 - c) schmelzende Ätzalkalien;
 - d) leicht schmelzbare Metalle (Blei, Zinn);
 - e) leicht reduzierbare Verbindungen.
- f) Ein glühender Platintiegel darf nicht mit glühendem Eisen in Berührung kommen (kein Drahtdreieck verwenden), da es sich legieren würde.

D. Behandeln von Kork.

Die Größe des Stopfens soll so gewählt sein, daß er etwa zu zwei Dritteln in dem zu verschließenden Rohr sitzt.

1. Weichmachen des Korkes. Vor jeder Benutzung (also auch vor dem Bohren) muß der Kork weichgemacht werden. Dies geschieht durch *Walzen* des Korkes am Laboratoriumstisch mit Hilfe eines Brettchens unter genügend starkem Druck oder mittels einer *Korkpresse*. Wir verwenden zwei Arten von Korkpressen.

a) Eine Art Zange mit meist drei verschieden großen Vertiefungen an beiden Zangenteilen. In diese wird der Kork gelegt und mittels des Handgriffes der obere Teil auf den unteren gepreßt. Dies wird öfters wiederholt und der Kork dabei stets ein klein wenig gedreht (Abb. 50).

b) Die Walzenpresse, bei der ein mit Rillen und Handgriff versehenes Rad etwas exzentrisch gegen die Unterlage beweglich



Abb. 50. Korkzangenpresse.

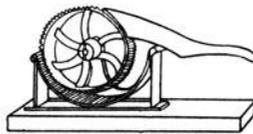


Abb. 51. Korkwalzenpresse.

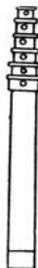


Abb. 52. Korkbohrer (Satz).

gelagert ist, so daß sie für verschieden große Korke gleich gut verwendet werden kann. Hier findet auch gleichzeitig ein Walzen des Korkes statt. Auch dabei muß vorsichtig gepreßt und der Kork immer wieder gedreht werden (Abb. 51).

2. Bohren von Kork. *Korkbohrer* sind kleine zylindrische Messingröhrchen von verschiedenem Durchmesser, die an der unteren Seite einen scharfen Rand besitzen (Abb. 52).

Der Kork wird mit seiner Breitseite auf eine feste Unterlage (ein Stück Pappe) gelegt und nun von oben her vorsichtig der Bohrer senkrecht durch den Kork gedreht. Ein Befeuchten des

Bohrers mit Glycerin ist vorteilhaft. Ist man ziemlich am anderen Ende des Korkes angelangt (man sieht den Rand des Bohrers durchschimmern), wird der Bohrer herausgezogen und die Bohrung von der anderen Seite endgültig bewirkt. Dadurch wird die Bohrung von beiden Seiten glatt erhalten. Will man die Bohrung noch etwas erweitern, feilt man sie vorsichtig mit einer Rundfeile aus.

An Stelle der Handkorkbohrer kann auch eine *Bohrmaschine* verwendet werden, in der die Bohrer nach Bedarf ausgewechselt werden. Die Betätigung erfolgt durch ein Handrad (Abb. 53).

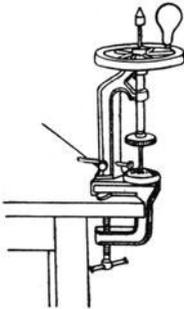


Abb. 53. Korkbohrmaschine.

Um eine einwandfreie Bohrung zu erzielen, müssen die Bohrer scharf sein. Zum Schärfen verwendet man den *Korkbohrerschärfer*. Er besteht aus einem Messingkonus, welcher der Länge nach einen Einschnitt besitzt zur mehr oder weniger notwendigen Aufnahme der beweglichen Stahlschneide. Der Bohrer wird auf den Konus soweit als möglich aufgesteckt und die Stahlschneide gegen den Bohrer gedrückt. Dabei wird der Bohrer gedreht (Abb. 54).

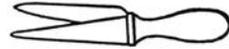


Abb. 54. Korkbohrerschärfer.

Kleine Bohrlöcher erzeugt man durch Durchbrennen mittels eines glühenden Stahldrahtes.

3. Abdichten von Korkstopfen. Das Abdichten hat den Zweck, ein Entweichen von Gasen und Dämpfen an den Stellen von Korkverbindungen zu vermeiden. Man verwendet dazu:

a) Chromgelatine. 4 Teile Gelatine werden in 52 Teilen kochenden Wassers gelöst, filtriert und 1 Teil Ammoniumbichromat zugesetzt. Aufstreichen mit einem Pinsel und zwei Tage dem Licht aussetzen.

b) Wasserglas mit aufgeschlammtem Asbest aufstreichen und eintrocknen lassen.

Zum Abdichten gegen wäßrige Flüssigkeiten verwendet man:

c) Kollodiumlösung (das ist Nitrocellulose in etwas Alkohol gelöst);

d) Acetonlack (das ist Acetylcellulose in Aceton gelöst); beide hinterlassen beim Verdunsten des Lösungsmittels ein feines Häutchen;

e) Aufstreichen von geschmolzenem Paraffin.

E. Behandeln von Gummi.

Gummi darf nicht direkt mit organischen Lösungsmitteln oder deren Dämpfen in Berührung kommen.

Das *Bohren* von Gummistopfen geschieht prinzipiell ebenso wie bei Korkstopfen. Die Bohrer müssen sehr scharf sein und werden am besten mit Glycerin oder Natronlauge befeuchtet. Während des Bohrens wird der Stopfen festgehalten und allmählich nachgeschoben. Das Bohren muß langsam geschehen, der angewandte Druck darf nicht zu groß sein, da sonst keine zylindrische Bohrung entsteht.

Beim Einsetzen von Glasröhren in die Bohrung sollen diese stets mit etwas Wasser oder glycerinhaltigem Wasser geschmiert werden. Das Glasrohr darf keinesfalls mit Gewalt, sondern muß langsam und mit Gefühl eingedreht werden. Ein Zerschneiden des Glasrohres gibt Ursache für Verletzungen!

Auf einer Glasröhre festsitzende Gummistopfen werden gelöst, indem man mit einem Korkbohrer, der eben über die Glasröhre gehen soll, den Stopfen beim Hineinschieben abtrennt. Dabei ist der Bohrer gut anzufeuchten. Ist diese Methode erfolglos, schiebt man einen dünnen Draht an verschiedenen Stellen zwischen Glas und Gummi (ebenfalls anfeuchten).

Aufbewahren von Gummischläuchen usw. unter destilliertem Wasser oder mit Glycerin befeuchtet.

F. Behandlung von Asbest.

a) Umhüllen von Glasgeräten mit Asbestpapier. Glasgeräte (Kolben, Retorten), die mit direkter Flamme erhitzt werden sollen, hüllt man zweckmäßig in Asbestpapier ein. Zu diesem Zwecke wird das angefeuchtete Asbestpapier auf die einzuhüllenden Glasteile gelegt und mit der Hand aufgedrückt. Das so präparierte Gefäß wird im Trockenschrank getrocknet, wodurch das Asbestpapier fest am Glas haftet.

b) Herstellung von Asbeststopfen. Feinfaseriger Asbest wird mit Wasser angefeuchtet, die Masse in einem Diamantmörser zu einem Stopfen gepreßt, auf dem Sandbad getrocknet und im Gebläse geglüht.

Kleinere Stopfen kann man durch Einrollen von angefeuchtem Asbestpapier bis zur gewünschten Stärke und Trocknen herstellen.

G. Verbindung von Glasröhren und Apparateilen.

a) Durch Verschmelzen. Diese Verbindung hat den Vorteil der absoluten Dichtigkeit.

b) Durch eine Gummiverbindung. Beim Überziehen des Gummischlauches befeuchtet man die Teile mit Wasser oder glycerinhaltigem Wasser.

c) Durch Kitten. Über beide Teile wird ein passendes Glasrohr gezogen und das ganze mit Picein unter gelindem Erwärmen eingedichtet. Picein ist nicht spröde und haftet auch auf Metall und Glas.

d) Durch Glasschliffe. Diese Verbindung hat den Vorteil, daß sie aus Glas besteht und daß man sie bei Vakuumapparaturen auch nach der Evakuierung drehen kann.

H. Glasschliffe.

Ein Schliff dient zum luftdichten Aneinandersetzen zweier Glasteile. Er besteht aus zwei Rohrstücken. Das Ende des einen Rohres besitzt einen aufgetriebenen Konus, welcher in einen Hohlkonus einpaßt, der am Ende des anderen Rohres aufgetrieben ist. Beide Teile sind sorgfältig aufeinander eingeschliffen (Abb. 55).

Beim Auseinandernehmen eines Schliffes lege man die Schliffteile stets auf reines Filtrierpapier (Sandkörnchen zerkratzen die Schliffflächen!). Ein Festsetzen des Schliffes während des Aufbewahrens wird durch Zwischenlegen eines Papierstreifchens zwischen die Schliffflächen verhütet. Zusammengehörige Schliffteile binde man aneinander, um ein Verwechsellern oder Verlieren zu vermeiden (z. B. Festbinden des Glasstopfens eines Maßkolbens am Kolbenhals).

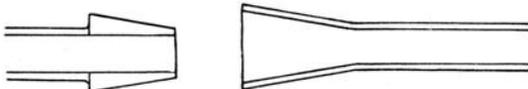


Abb. 55. Glasschliff.

1. Abdichten von Glasschliffen. a) Durch „Fett“. Als Fettungsmittel dient wasserfreie Vaseline. Lanolin, Fette und Öle werden ranzig!

Für höhere Temperaturen eignet sich eine Mischung von Lanolin und Wachs.

Das Einfetten geschieht durch Bestreichen des Konus mit wenig Fett. Durch vorsichtiges Erwärmen desselben oder durch öfteres Drehen der beiden Schliffteile ineinander verteilt sich das Fett auf der ganzen Schlifffläche gleichmäßig. Der Schliff soll mehrmals *ganz* herumgedreht werden, bis die Schliffstelle vollkommen durchsichtig geworden ist und sich nirgend mehr graue Stellen, Streifen oder Striemen zeigen. Um die letzten Spuren derselben zu erkennen, bringt man ein Licht hinter den Schliff.

Ein vorzügliches Dichtungsmittel für Hochvakuumapparaturen ist Apiezonfett, welches einen sehr niedrigen Dampfdruck besitzt.

Altes Fett und Kite entfernt man von Schliffstellen durch Erwärmen, Abreiben mit Papier, dann Abwaschen mit einem Lösungsmittel (Benzol). Mit Filtrierpapier werden die Schliffteile vollkommen trocken gerieben.

b) Andere zum Einfetten geeignete Dichtungsmittel. Wird mit Substanzen gearbeitet, die Fett lösen, verwendet man als Dichtungsmittel für Schliffe Zucker, der in Glycerin gelöst ist.

Soll ein Schliff längere Zeit zusammenbleiben und vollkommen dicht abschließen, kann man ihn mit angebranntem Gummi verschmieren.

Schliffstellen für hohe Temperaturen werden durch Einreiben mit Graphit (Bestreichen mit einem mittelharten Bleistift) abgedichtet.

c) Schliffe mit Quecksilberdichtung. α) *Einfache Form*. Der vertikal stehende Schliff wird so durch einen Kork gesteckt, daß letzterer etwas unterhalb des Schliffes das Rohr fest umschließt. Nun wird über den Kork ein Stück passendes Glasrohr gesteckt, das den Schliff etwas überragt. Dadurch entsteht um den Schliff ein Napf, in den nach dem Zusammenstellen des Schliffes Quecksilber gegossen wird. Da aber das Quecksilber das Glas nicht benetzt, könnte zwischen Quecksilber und Glas noch Luft in den Schliff gelangen. Um dies zu verhindern, gießt man auf das Quecksilber noch eine kleine Schicht konzentrierte Schwefelsäure oder Glycerin.

β) *Napfschliffe*, z. B. der KAHLBAUMSche Schliff, bei dem um den inneren, untenstehenden Schliffteil eine



Abb. 56. Napfschliff nach KAHLBAUM.



Abb. 57. Schliffsicherung durch Glashäkchen und Metallspiralen.

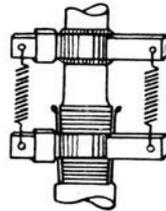


Abb. 58. Schliffsicherung durch Schellen und Metallspiralen.

becherförmige Erweiterung angeschmolzen ist, in die Quecksilber gefüllt wird, welches den Schliff vollständig umgibt (Abb. 56).

Durch die Verwendung von Quecksilber wird vollkommene Abdichtung erzielt.

2. Sicherung von Schliffverbindungen. Bei senkrecht angeordneten Apparateilen genügt meist das Eigengewicht des Apparats zur Sicherung der Schliffverbindung.

Waagrechte oder hängende Schliffverbindungen müssen besonders gesichert werden.

An jeden der beiden Schliffteile werden zwei gläserne Häkchen angeschmolzen, die zum Festhalten von Gummibändern oder federnden Metallspiralen dienen, die nach dem Zusammensetzen

des Schliffes gespannt übergelegt werden und ein selbsttätiges Lockern verhüten (Abb. 57).

Die Befestigung der Spiralfedern kann auch durch angebrachte Schellen, wie sie die Firma Greiner & Friedrichs, Stützerbach, herstellt, erfolgen (Abb. 58).

Eine Apparatur, die aus mehreren Schliffstücken besteht, verursacht beim Zusammenbau Schwierigkeiten, so daß die Schrauben und Muffen öfters gelöst werden müssen und Bruchgefahr wegen der zu großen Starrheit besteht. Aus diesem Grunde können zur Erleichterung des Aufbaues solcher Apparaturen sog. federnde Klammern (Herstellerfirma Greiner & Friedrichs, Stützerbach) verwendet werden, die kleine Abweichungen ausgleichen (Abb. 59).

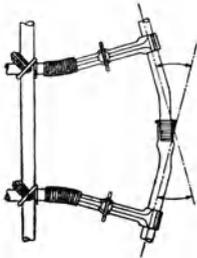


Abb. 59. Federnde Klammern.

3. Lösen festsitzender Schliffverbindungen.

Das „Festsitzen“ von Glasschliffen hat verschiedene Ursachen:

1. Verklemmen. Dieses tritt nur bei Schliffen mit sehr feiner Passung auf, z. B. bei Normalschliffen. Ursache ist oft zu festes Eindrehen. Schliffe, die auf höhere Temperatur erhitzt wurden, sollte man, wenn möglich noch heiß, etwas lockern, um ein Festklemmen nach dem Erkalten zu verhindern.

Gelockert werden verklemmte Schliffe durch kurzes Erwärmen oder vorsichtiges Klopfen am inneren Schliffteil.

2. Verquellen. Glas wird von Chemikalien (z. B. Alkalilauge, Phosphorsäure) etwas angegriffen, womit stets eine Wasseraufnahme und dadurch Volumsvergrößerung verbunden ist.

3. Verkitten. Dies ist dann der Fall, wenn der Schliff mit Flüssigkeiten in Berührung kommt, die durch Verdunsten oder chemische Veränderungen feste Stoffe ausscheiden.

Verquollene und verkittete Schliffe lassen sich durch Erwärmen nur dann lockern, wenn die verkittenden Stoffe leicht schmelzbar sind. Meist wird sich jedoch der Schliff dadurch noch fester setzen. Das beste Mittel ist die Anwendung eines stetig wirkenden Zuges in der Schliffachse. Dies wird so durchgeführt, daß der Apparat vollkommen druckdicht verschlossen und vollkommen luftfrei mit Wasser gefüllt wird. Dann wird er mittels eines Druckschlauches mit der Wasserleitung verbunden. Diese darf naturgemäß nur ganz wenig geöffnet werden, um eine zu plötzliche Drucksteigerung zu vermeiden. Das Wasser dringt nun langsam zwischen die Schliffflächen ein. Sollte der Apparat hierbei doch zerbersten, so kann, wenn er zuvor vollkommen luftdicht mit

Wasser gefüllt war, keinerlei Verletzung durch Splitter eintreten.

4. Normalschliffe. Einer allgemeinen Anwendung von Schliffen stand früher die Schwierigkeit der Ersatzbeschaffung für zerbrochene Teile entgegen. Es wurden daher sog. Einheitsschliffe geschaffen, bei denen die Maße des größten und kleinsten Durchmessers sowie der Höhe stets gleichbleibend sind. Es besteht also neben dem Vorteil, zerbrochene Schliffteile ohne weiteres durch neue zu ersetzen, die Möglichkeit, die verschiedensten Apparatzusammenstellungen mit Hilfe von Schliffen rasch vorzunehmen.

5. Glashähne. Glashähne bilden die Verbindung zweier Apparateile oder die Verbindung des Apparats mit der Außenluft.

Die Abdichtung der Hähne erfolgt ebenfalls durch Einfetten, und zwar wird das Hahnküken links und rechts neben der Bohrung mit wenig Hahnfett betupft und so lange im Hahngehäuse gedreht, bis eine vollständig gleichmäßige Abdichtung erfolgt, ohne daß die Bohrung des Kükens durch Fett verstopft wird.



Abb. 60. Glashahn mit schiefer Bohrung.

Undichte Hähne können mit Terpentin, in dem etwas Campher gelöst ist, und Schmirgel und Nachpolieren mit feinstem Polierschiefer nachgeschliffen werden.

Liegt die Bohrung mit den beiden Ansatzrohren des Hahngehäuses in einer Linie, kann sich auch bei geschlossenem Hahn etwas Luft entlang dem Hahnküken ziehen, die dann durch das andere Ansatzrohr in die Apparatur gelangt. Um dies zu erschweren, hat man die Bohrung im Hahnküken schräg von oben

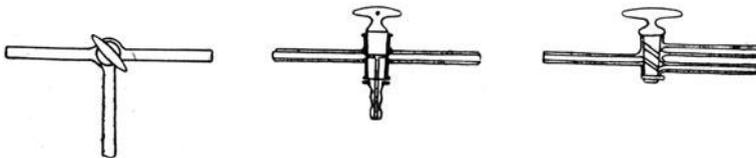


Abb. 61. Dreiweghähne.

nach unten ausgeführt, so daß die beiden Ansatzrohre nicht in einer Geraden liegen (Abb. 60).

Für spezielle Zwecke werden *Dreiweghähne* benutzt, die durch Drehung des Hahnkükens die Unterbrechung der einen und gleichzeitig die Öffnung einer anderen Verbindung gestatten. Die Ausführungsformen sind verschieden. Die drei Ansatzrohre können senkrecht zueinander stehen und in einer Ebene liegen, oder das dritte Ansatzrohr wird durch das Hahnküken selbst gebildet, indem dieses neben der geraden Bohrung eine solche

nach unten besitzt, oder es können schließlich zwei schräge Bohrungen im Hahnkükens, im Hahngehäuse dagegen auf einer Seite ein, auf der anderen zwei Ansatzrohre vorhanden sein (Abb. 61).

Zur *Sicherung* gegen das Herausfallen des Kükens umspannt man den Glashahn mit einem Gummiring.

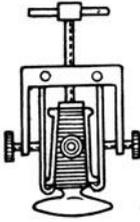


Abb. 62.
Druckverschraubung zur Lockerung fest-sitzender Hähne.

Festsitzende Hähne werden auf ähnliche Art gelöst wie festsitzende Schriffverbindungen. Manchmal führt längeres Einlegen in Wasser zum Ziele. Eine von der Firma Greiner & Friedrichs, Stützerbach, in den Handel gebrachte Vorrichtung besteht aus einem verstellbaren Metallbügel, der an den Glashahn angesetzt wird. Dann wird mittels einer Schraube ein Druck auf die kleinere Seite des Hahnkükens ausgeübt (Druckverschraubung) (Abb. 62).

J. Sicherheitsvorrichtungen an Apparaturen.

1. Verschlüsse an Gummischläuchen. a) Quetschhähne. Beim Quetschhahn nach MOHR geschieht die Öffnung durch Zusammendrücken der beiden Knöpfe (Abb. 63), während beim Schraubenquetsch-

hahn die Einstellung durch Herabschrauben eines beweglichen Zwischenplättchens erfolgt. Der untere Teil des Schraubenquetschhahnes ist entweder fest oder beweglich. Letzteres ist dann wichtig, wenn der Quetschhahn nachträglich an eine zusammengestellte Apparatur eingefügt werden muß (Abb. 64).



Abb. 63. Quetschhahn nach MOHR.



Abb. 65. Glaskugelverschluß.

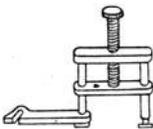


Abb. 64. Schraubenquetschhahn.

b) Glaskugelverschluß. Anwendung für Büretten. In den Verbindungsschlauch zwischen Bürette und Ausflußspitze wird eine Glaskugel oder besser ein sehr kurzes, abgeschmolzenes Glasstabstückchen eingesetzt (Glaskugeln verrutschen sehr leicht!). Durch seitlichen Druck an der Kugel *a* erfolgt die Flüssigkeitsentnahme (Abb. 65).

2. Gummiventil nach BUNSEN.

Dieses besteht aus einem nicht zu dünnwandigen, an einer Seite durch ein kurzes Glasstabstückchen verschlossenen Gummischlauch, der in der Längsrichtung mit einem scharfen, 1 cm

langen Schnitt versehen ist. Die andere Seite ist an die Apparatur angeschlossen. Das Ventil öffnet sich bei innerem und schließt sich bei äußerem Überdruck (Abb. 66).

3. Rückschlagventil aus Glas. Anwendung: Z. B. bei der Wasserstrahlpumpe gegen das Zurückschlagen des Wassers.

Es besteht aus einem etwas zugespitzten Glasstab, über den an der Zuspitzung ein Stückchen Gummischlauch gezogen ist. Es liegt in einem Rohr oder in der Erweiterung eines Rohres frei beweglich. Das zurücksteigende Wasser nimmt den Glasstab mit, der sich dann in einer Verengung



Abb. 66. BUNSEN-Ventil.

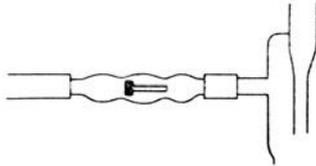


Abb. 67. Rückschlagventil aus Glas.

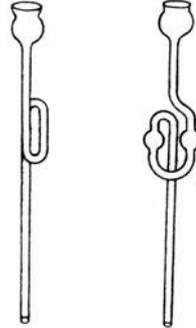


Abb. 68. Sicherheitsrohre.

des Rohres festklemmt und dadurch dem Wasser den Durchgang versperrt (Abb. 67).

4. Sicherheitsrohre. Diese dienen als Sicherung gegen das Zurücksteigen von Flüssigkeiten, z. B. beim KIPPSCHEN Apparat.

Es sind lange Rohre mit Kugelansätzen oder Rohrschleifen, die einerseits zur Aufnahme einer gewissen Flüssigkeitsmenge beim Zurücksteigen derselben dienen, andererseits aber, wenn sie teilweise gefüllt sind, eine Art Verschluss bilden (Abb. 68).

K. Ätzen und Bohren von Glas; Schreiben auf Glas.

1. Ätzen von Glas. Man beschriftet die gut entfettete Glasstelle mit Hilfe eines Holzspanes mit sog. „Ätztinte“, d. i. Flußsäure mit Zusätzen, die ein Auslaufen der Schrift verhindern sollen. Flußsäure muß in Flaschen aus Guttapercha, Hartparaffin oder eventuell Blei aufbewahrt werden. Lösung und eingeatmete Dämpfe wirken stark ätzend und giftig, deshalb beim Arbeiten mit Flußsäure Vorsicht, besonders auf Haut und Augen!

Die beschriebene Stelle wird über einer Flamme etwas angewärmt.

Man kann auch so vorgehen, daß man das Glas mit einem

schützenden Überzug aus Wachs oder Paraffin versieht und die betreffende Zeichnung einritz und das ganze mit Flußsäure behandelt.

Ein ebenfalls leicht selbst herzustellendes Mittel, das aus zwei Lösungen besteht, die getrennt in Glasflaschen aufbewahrt werden können, ist folgendes:

Lösung 1: In $\frac{1}{2}$ l dest. Wasser werden 36 g Fluornatrium gelöst und 7 g Kaliumsulfat zugegeben.

Lösung 2: In $\frac{1}{2}$ l dest. Wasser werden 14 g Chlorzink gelöst und 65 g konz. Salzsäure zugegossen.

Vor dem Gebrauch mischt man gleiche Teile von Lösung 1 und 2 und gibt eventuell, um die Schrift gut sehend zu machen, einige Tropfen Tusche zu. Zum Mischen benutzt man einen ausgehöhlten Paraffinklotz. Mit dieser Flüssigkeit können die feinsten Haarstriche erzielt werden.

Mattieren einer Glasscheibe. Eine Mischung von 10 g Bariumsulfat, 10 g Ammonfluorid und 12 g Flußsäure werden mittels eines Pinsels aufgestrichen und eintrocknen gelassen.

2. Bohren von Glas. Man spitzt sich eine kleine Dreikantfeile auf einem rotierenden Schleifstein zu, spannt sie in eine Drehbank ein und drückt die Glasplatte dagegen. Als Schmiermittel dient Terpentinöl oder besser eine Lösung von Campher in Terpentinöl. Man kann sich den Beginn des Bohrens erleichtern, wenn man mit einem Diamanten ein kleines Kreuz in die Glasoberfläche einritz. Wichtig ist, daß die Feile eine genügende Härte besitzt.

3. Schreiben auf Glas. Zum Schreiben auf Glas dienen verschieden gefärbte Fettstifte. Die betreffende Stelle des Glases muß trocken und vorteilhaft etwas angewärmt sein.

L. Kitten.

Es handelt sich nicht nur darum, gebrochene Gegenstände (z. B. Pistille, Nutschen), sondern auch verschiedene Apparate-teile miteinander zu verkitten.

1. Dickflüssiges Glycerin und etwas Bleiglätte (die zuvor einige Zeit auf einem Eisenblech auf zirka 300° erhitzt wurde) werden zu einem Brei verrührt. Dieser erstarrt binnen einer halben Stunde und hält Temperaturen bis 260° aus. Die zu kittenden Flächen werden vorher mit etwas Glycerin bestrichen. Er ist für eine gewisse Dauer unempfindlich gegen Wasser, die meisten Säuren, alle Alkalien und Chlordämpfe.

Hauptsächlichste Verwendung: Kitten von Porzellangegegenständen.

2. Talkum wird mit dickflüssigem Wasserglas zu einem Brei verrieben. Der erhaltene Kitt hält Glühtemperatur aus.

3. Mischen von carbonatfreiem Zinkoxyd mit einer 60%igen Chlorzinklösung. Der Kitt wird nach wenigen Minuten sehr hart.

4. 9 Teile Kaolin werden mit 1 Teil Borax und Wasser oder

Leinölfirnis zu einem Brei verrührt, mit diesem die Kittstelle bestrichen und eintrocknen gelassen. Dann wird langsam auf helle Rotglut erhitzt. Der Kitt hält Temperaturen bis 1600° aus.

5. Käuflicher Siegellack. Er erweicht bei 70° . Lösungsmittel für Siegellack ist Spiritus. Siegellack wird neben anderem auch zum Einkitten von Elektroden verwendet. Der erwärmte Draht wird mit Siegellack bestrichen und das reine, trockene und erhitzte Glasrohr darübergeschoben. Die erhaltene Abdichtung ist flüssigkeits- und gasdicht.

6. Zusammenschmelzen gleicher Teile Kolophonium und gelben Bienenwachses in einer Eisenschale. Der erhaltene Kitt wird bei 55° dünnflüssig und erstarrt bei 47° . Er dient zum Aufeinanderkitten von Metall und Holz. Lösungsmittel: eine Mischung von Tetrachlorkohlenstoff und Spiritus.

7. Das bereits auf S. 35 erwähnte Picein, welches bei 50° plastisch und bei 70 bis 80° schmilzt, besitzt eine sehr große Klebkraft. Ihm ähnlich ist das Apiezonwachs, welches vor allem in der Vakuumtechnik Verwendung findet, da sein Dampfdruck bedeutend niedriger liegt als der aller übrigen Schmelzkitt.

M. Verschiedenes.

1. Aufbewahren von Reagenzien. Zur Aufbewahrung von Reagenzien dienen im allgemeinen *Glasflaschen*, und zwar für Flüssigkeiten enghalsige Flaschen der gewöhnlichen Ausführung oder sog. Steilbrustflaschen, die ein gefahrloses und vollständiges Ausgießen ermöglichen (Abb. 69).



Abb. 69. Glasflaschen.

Verschlossen werden die Flaschen in der Regel durch eingeschiffene Glasstöpsel; für Flüssigkeiten, die durch Verdunstung leicht feste Stoffe abscheiden (z. B. Natronlauge), verwendet man Gummistopfen.

Beim Ausgießen aus der Flasche behalte man den Stöpsel in der Hand oder lege ihn umgekehrt auf die Kappe, damit die Verunreinigungen des Tisches beim Wiederaufsetzen des Stöpsels nicht in die Flasche gelangen.

Größere gefüllte Flaschen trage man aus Sicherheitsgründen nie am Hals, sondern unterstütze sie stets am Boden (Einstellen in einen festgebauten Holzkasten mit Tragleiste).

Zur Aufbewahrung fester Stoffe dienen weithalsige Flaschen mit eingeschiffenem Glasstöpsel, Korkstopfen- oder Schraubverschluß.

Gegen Feuchtigkeit und Kohlensäure der Luft schützt man Reagenzien, indem man über dem eingeschiffenen Stöpsel noch eine,



Abb. 70.
Kappen-
flasche.

auf den Flaschenhals eingeschliffene Haube oder Kappe anbringt. Diese Art des Verschlusses ist auch für Flaschen mit rauchenden Säuren geeignet (Abb. 70).

Flüchtige Substanzen werden am besten in *Einschmelzröhrchen* eingeschlossen. Das vorbereitete, vorn mit einer Verengung versehene Röhrchen wird nach der Füllung rasch abgeschmolzen.

Lockerung festsitzender Glasstopfen. Zuerst versucht man die Lockerung stets durch Klopfen mit Holz zu erreichen, und zwar soll dauernd mit einem Holzklotz gegen den überstehenden Stopfenrand von unten geklopft werden, wobei die Flasche jedesmal ein Stückchen weitergedreht wird. Diese Methode erfordert Geduld, führt aber meist zum Ziele (Stopfenrand nicht auf die Tischkante aufklopfen!).

Erscheint das vorher beschriebene Klopfen aussichtslos, wendet man der Reihe nach folgende Methoden an: Befeuchten mit Wasser oder Säure, Reiben der äußeren Glasteile des Flaschenhalses mit einem Tuch (dadurch tritt Erwärmung und somit Ausdehnung des Glases ein), vorsichtiges Erhitzen über einer kleinen Flamme und schließlich Einstellen der ganzen Flasche bis über den Stopfen in kaltes oder warmes Wasser. Von Zeit zu Zeit ist bei allen beschriebenen Möglichkeiten die Lockerung durch Klopfen mit Holz festzustellen. Beim Erhitzen und Einlegen in Wasser ist Vorsicht geboten, die Flaschen dürfen weder brennbare, noch Gase oder Dämpfe entwickelnde Stoffe enthalten!

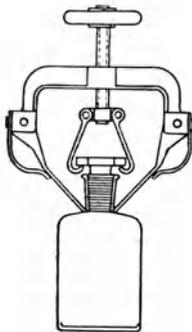


Abb. 71. Zug-
verschraubung zur
Lockerung festsitzen-
der Glasstöpsel.

Zum Lösen von Stopfen solcher Flaschen eignet sich eine Zugverschraubung (Firma Greiner & Friedrichs, Stützerbach), die aus einem Metallbügel mit Stützen, welche am Übergang vom Hals zur Flasche angesetzt werden, besteht. Der Stopfenrand wird von zwei Seiten durch Greifer gepackt, die durch eine am Bügel angebrachte Schraube nach oben gezogen werden können (Abb. 71).

2. Schwarzfärben von Tischen und Holzgeräten. Lösung 1: 86 g Kupferchlorid, 67 g Kaliumchlorat, 33 g Ammoniumchlorid werden in 1 l Wasser gelöst.

Lösung 2: 600 g Anilinchlorhydrat werden in 4 l Wasser gelöst.

Die beiden Lösungen werden kurz vor dem Gebrauch gemischt und etwa viermal aufgestrichen, wobei zwischen jedem Mal ein

Tag Pause eingeschaltet wird. Die gestrichenen Gegenstände müssen im Lichte stehengelassen und dann mit lauwarmem Wasser abgewaschen werden. Nach dem Trocknen wird das Holz mit einem Gemisch aus je 1 Volumteil Terpentinöl und Leinölfirnis so lange eingerieben, bis es mit Leinöl gesättigt ist. Nach einigen Tagen wird der Ölüberschuß abgerieben. Der Anstrich ist säurefest.

3. Ankleben von Etiketten auf Glasgefäße. Die Beschriftung soll mit Tusche, nicht mit Tinte geschehen. Als Klebemittel dient Dextrin- oder Gummilösung.

Gegen den zu raschen Angriff infolge der Einwirkung der Laboratoriumsluft werden sie durch einen Anstrich mittels Schellacklösung (gelöst in Spiritus) auf die beschriebene Etikette oder durch Einreiben derselben mit Paraffin geschützt.

Auf keinen Fall dürfen alte Etiketten überklebt werden, da das Überklebte abfallen kann und dann die unrichtige Bezeichnung zutage tritt.

Benutzte Literatur:

- STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
V. ANGERER: Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen, 3. Aufl. 1936.
BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.
EBERT-HAUSER: Anleitung zum Glasblasen, 6. Aufl. 1926.
OSTWALD-LUTHER: Hand- und Hilfsbuch zur Ausführung physikochemischer Messungen, 5. Aufl. 1931.
Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.
Druckschriften der Firmen: Arthur Pfeiffer, Wetzlar; Greiner & Friedrichs, Stützerbach.

4. Die Aggregatzustände der Stoffe.

In dem gewöhnlichen Vorkommen unterscheiden sich die Körper durch die Art, wie ihre Moleküle ein Ganzes bilden. Man unterscheidet in dieser Beziehung drei Aggregatzustände: den festen, den flüssigen und den gasförmigen.

Alle Stoffe besitzen die Eigenschaft, sich auf mechanischem Wege, z. B. durch Zerstoßen, Auflösen, Verdampfen, in kleinere Teile zerlegen zu lassen. Die so erhaltenen kleinsten, in physikalischem Sinn unteilbaren Massenteilchen eines Stoffes heißen *Moleküle* oder *Molekeln*.

Die Moleküle eines Stoffes befinden sich in stetiger Bewegung; diese kann unvorstellbar klein (fester Körper) oder, wie bei den Gasen, sehr groß sein. Alle Moleküle eines einheitlichen Stoffes sind gleich.

Aufgebaut ist das Molekül aus *Atomen*, das sind kleinste Teilchen, die weder im physikalischen noch im chemischen Sinne zerlegbar sind. Sie können in der Regel für sich allein nicht bestehen, da sie bestrebt sind, sich untereinander zu verbinden.

Durch gegenseitige Bindung der Atome entstehen die Moleküle. Treten gleichartige Atome zusammen, bilden sich die Moleküle der Elemente oder chemischen Grundstoffe; z. B. entsteht durch Zusammentritt zweier Sauerstoffatome ein Molekül Sauerstoff. Vereinigen sich aber verschiedene Atome, so entstehen die Moleküle der chemischen Verbindungen (z. B. bildet sich durch Vereinigung zweier Wasserstoffatome und eines Sauerstoffatoms ein Molekül Wasser).

1. Feste Stoffe. Bei den festen Körpern unterscheidet man einen kristallinen und einen amorphen Zustand.

Ein *Kristall* ist ein von ebenen Flächen begrenzter Körper. Zwei benachbarte Flächen schneiden sich in einer Kante oder Ecke und schließen einen Winkel ein, dessen Größe für die betreffende Kristallform einen ganz bestimmten, immer gleichbleibenden Wert hat. Auch *kristallinische* Substanzen bestehen noch aus Kristallen, nur sind die einzelnen Formen an ihnen nicht mehr deutlich zu erkennen.

Amorphe Körper dagegen sind nicht an bestimmte Flächen oder Winkel gebunden, sie verhalten sich nach allen Richtungen gleich. Sie nehmen daher niemals eine bestimmte Gestalt an. Beispiel: Glas, Gelatine.

2. Flüssigkeiten. Flüssigkeiten nehmen in größeren Mengen stets die Form des sie einschließenden Gefäßes an, da die einzelnen Teilchen leicht gegeneinander verschiebbar sind. Sie sind infolge der kleinen Zwischenräume zwischen den einzelnen Teilchen nur wenig zusammendrückbar.

3. Gase. Die gasförmigen Körper bilden völlig lose Aneinanderlagerungen ihrer Moleküle, weshalb sie in hohem Grade zusammendrückbar sind. Gase sind verhältnismäßig leicht. 1 l Luft wiegt bei 0° und 760 mm Quecksilbersäule (Barometerstand) 1,293 g.

Unter gewissen Bedingungen können die einzelnen Aggregatzustände ineinander übergehen:

a) Übergang fest—flüssig. Die Moleküle eines festen Körpers rücken bei der Erwärmung durch die Vergrößerung ihrer Bewegung immer weiter auseinander und verlassen endlich die Molekülanordnung; der feste Körper *schmilzt*.

b) Übergang flüssig—fest. Die Rückverwandlung einer Flüssigkeit in den festen Zustand nennt man *Erstarren* oder *Gefrieren*.

Aus einer Lösung wird der feste Körper durch *Kristallisation* ausgeschieden.

c) Übergang flüssig—gasförmig. Flüssigkeiten verändern sich bei jeder Temperatur an ihrer Oberfläche mehr oder weniger stark in den gas- oder dampfförmigen Zustand, indem die Moleküle an der Oberfläche ihre Lage verlassen, die Flüssigkeit *verdunstet*. Bei fortgesetzter Erwärmung geschieht dies endlich in der ganzen Masse, bei lebhaftem Aufwallen der Oberfläche: die Flüssigkeit *siedet* und *verdampft*.

d) Übergang gasförmig—flüssig. Die Rückverwandlung von Dämpfen in die flüssige Form heißt *Kondensation*.

Unter *Destillation* bezeichnet man jenen Vorgang, bei dem eine Flüssigkeit zuerst verdampft und dann wieder kondensiert wird.

Die Kondensation von Dämpfen geschieht entweder durch Abkühlung oder durch Zusammendrücken. In letzterem Fall spricht man vom *Verflüssigen* der Gase.

e) Übergang fest—gasförmig—fest. Die Verdunstung an der Oberfläche findet auch bei manchen festen Körpern statt, ohne daß diese vorher in den flüssigen Zustand verwandelt werden, beispielsweise beim Jod oder Campher, während anderseits auch die Rückverwandlung aus dem Dampfzustand sich oftmals gleich in die feste Form vollzieht. Man nennt diesen ganzen Vorgang *Sublimation*.

5. Zerkleinern.

Der Durchführung einer chemischen Reaktion oder Analyse muß fast immer eine weitgehende Zerkleinerung des angewandten Stoffes vorausgehen. Durch das Zerkleinern eines festen Stoffes wird dessen Oberfläche um ein Vielfaches vergrößert. Gleichzeitig tritt dabei in manchen Fällen eine Veränderung des Aussehens des festen Stoffes ein (z. B. erscheinen die tiefblauen Kupfersulfatkristalle in zerkleinerter Form hellblau).

Durchführung der Zerkleinerung.

I. Von grobstückigem, hartem Material werden mit einem *Meißel* größere Stücke abgeschlagen, oder die Stücke werden in ein Tuch eingeschlagen, um ein Wegspringen zu vermeiden, und durch *Hammerschläge* zerkleinert. Für harte Massen dienen auch



Abb. 72. Mörser.



Abb. 73. Reibschale.



Abb. 74. Achatreibschale.

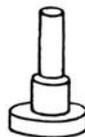


Abb. 75. Diamantmörser.

Laboratoriumssteinbrecher, bei denen das Mahlgut zwischen zwei Backen zerquetscht wird.

II. Das so vorzerkleinerte Material wird nun entweder von Hand aus in Mörsern oder Reibschalen weiter zerkleinert oder in Mühlen gemahlen.

a) Mörser. Die eigentlichen *Mörser* sind dickwandige Gefäße

aus Stahl oder Porzellan mit einem keulenförmigen Reiber, dem sog. Pistill (Abb. 72). Die Substanz wird darin zerstoßen. Für Substanzen, die leicht zerstäuben oder hygroskopisch (wasseranziehend) sind, verwendet man einen tiefen Mörser, den man mit einem Holzdeckel oder einer Gummikappe bedeckt, welche den Mörser luftdicht abschließt und in der Mitte eine enge Kreisöffnung zur Einführung der Keule besitzt. Im einfachsten Falle hilft man sich durch Bedecken mit Papier, in das man ebenfalls eine Öffnung zur Einführung des Pistills schneidet.

Für weniger harte Stoffe dienen die flacheren *Reibschalen* aus Porzellan (Abb. 73). Für feinste Mahlungen verwendet man Reibschalen aus Achat (Abb. 74).

Die Zerkleinerung größerer Substanzmengen in der Reibschale wird so vorgenommen, daß die Substanz in mehreren kleinen Portionen fein zerrieben wird. Zum Schluß wiederholt man dies mit der gesamten Menge, so daß gleichzeitig eine gute Durchmischung stattfindet. Auch ist es ratsam, die Reibschale auf einen größeren Bogen Papier zu stellen, um eventuell verspritzte Substanz leicht wieder einsammeln zu können.

Für analytische Zwecke wird in vielen Fällen der *ABICHSche Diamantmörser* (Abb. 75) vorzuziehen sein, in dem die Substanz in einem Hohlzylinder, der in einer Vertiefung einer runden Stahlplatte ruht, durch einen zylindrischen Stahlstempel mittels Hammerschlägen zerkleinert wird.

b) Mühlen. Den Übergang von den Mörsern zu den Mühlen bilden die mechanisch betätigten Mörser und Reibschalen, die sowohl für Hand- als auch Motorbetrieb gebaut sind.

Die eigentlichen Mühlen unterscheiden sich nach ihrer Wirkungsweise in:

1. Mühlen mit *geriffelten Mahlscheiben* oder Walzen, zwischen denen das Mahlgut zerrieben wird.

2. *Kugelmühlen*, die aus einer sich langsam drehenden Trommel aus Eisen oder Porzellan bestehen und welche außer mit dem Mahlgut noch mit Kugeln aus



Abb. 76. Kugelmühle aus Porzellan.

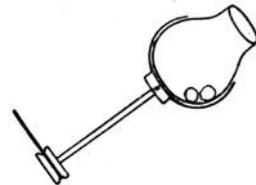


Abb. 77. Kugelmühle aus Glas.

Stahl, Stein oder Porzellan beschickt werden. Beihelfsmäßig verwendet man ein Pulverglas, das durch einen Stopfen fest verschlossen wird und auf einen in Gang befindlichen Walzen-

stuhl (bestehend aus mehreren laufenden Walzen mit engem Zwischenraum) gelegt und dadurch in Drehung versetzt wird. Bei den größeren Porzellankugelmühlen wird der Deckel durch einen Schrauben- oder Bügelverschluß (Einlage einer Gummidichtung) gegen selbsttätiges Öffnen gesichert (Abb. 76).

Die durch die drehende Bewegung mitgerissenen Kugeln fallen immer wieder auf das Material zurück und rollen auf diesem, so daß sowohl eine Zerschlagung als auch eine Mahlung des Materials stattfindet.

Die birnenförmigen Kugelmühlen aus Glas besitzen den Vorteil, daß infolge der Durchsichtigkeit des Glases der Gang der Mahlung beobachtet werden kann. Sie werden in Eisenbügel schräg eingespannt und in Rotation versetzt (Abb. 77).

In jedem Fall ist darauf zu achten, daß sich die Kugeln nicht in die zu zerkleinernde Substanz einbetten und mitrutschen, sondern auf ihr rollen.

3. Die *Schlagstiftmühlen* bestehen aus einer feststehenden Scheibe, die mit im Kreis angeordneten Stiften besetzt ist. Zwischen letzteren rotiert eine zweite Reihe von Stiften, die auf einer drehbaren Scheibe befestigt sind. Das Mahlgut wird während der Drehung hin- und herschleudert und dadurch zertrümmert.

4. Zur Zerkleinerung zäher Substanzen dienen Mühlen, die das Mahlgut zerschneiden und ähnlich wirken wie eine Kaffeemühle.

III. Die beste Zerkleinerung eines Stoffes ist sein Auflösen in einem Lösungsmittel.

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.

6. Mischen.

Eine Mischung kann zum Unterschied von einer chemischen Verbindung auf mechanischem Wege wieder in ihre Einzelbestandteile zerlegt werden.

Das Mischen hat den Zweck, eine Substanz in allen Teilen gleichmäßig zu gestalten, was für den ordnungsgemäßen Ablauf einer Reaktion in den meisten Fällen erforderlich ist. Es gilt im allgemeinen die Regel, daß eine Substanz um so leichter reagiert, je feiner sie verteilt ist.

Von Hand aus geschieht das Mischen *bei festen Stoffen* durch oftmaliges Umschaukeln mit einem Löffel oder Spatel, Ausbreiten der Substanz auf einem Papier oder einer Platte und wiederholtem Zusammenschaukeln gegen die Mitte. Auch ein Durchschütteln

der feingepulverten Substanz in einer Flasche kann zum Ziele führen. Wenn es möglich ist, wird die Substanz zusammengesmolzen und dann gepulvert.

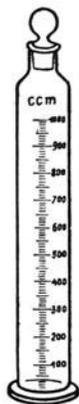


Abb. 78.
Mischzylinder.

Bei *Flüssigkeiten* stellt man ein inniges Gemisch durch Lösen des einen Bestandteiles in dem anderen her oder man sorgt durch dauerndes Rühren oder Schütteln dafür, daß die Substanz in möglichst feiner Verteilung bleibt. Geringe Mengen werden in Schütteltrichtern oder *Mischzylindern* (Abb. 78) geschüttelt. Mischzylinder sind Glaszylinder mit verengtem Hals und eingeschliffenem Stöpsel, die eine ccm-Teilung tragen. Während des Schüttelns muß von Zeit zu Zeit der Stopfen oder bei Schütteltrichtern in umgekehrter Lage der Hahn sehr vorsichtig kurz geöffnet werden, um einen eventuell entstandenen kleinen Überdruck auszugleichen. Zu betonen ist, daß heiße Flüssigkeiten oder solche, bei denen Gase entweichen, nicht durch Schütteln in einer Flasche unter Verschuß (etwa mit dem Daumen) gemischt werden dürfen, sondern durch Umgießen in ein anderes Gefäß.

Beim Eintragen eines festen Stoffes in eine Flüssigkeit oder beim Mischen zweier nicht mischbarer Flüssigkeiten bedient man sich der mechanischen Rühr- oder Schüttelvorrichtungen.

1. Rührvorrichtungen. Von Hand aus geschieht die Rührung mit einem *Glasstab*, über dessen Ende, um ein Durchstoßen des Gefäßes zu vermeiden, ein kurzes Stück Gummischlauch gezogen ist, vorausgesetzt, daß die Flüssigkeit den Gummi nicht angreift.

Ein anderer Weg, eine Flüssigkeit durchzurühren, besteht darin, daß man einen indifferenten Gasstrom durchleitet oder sie kocht.

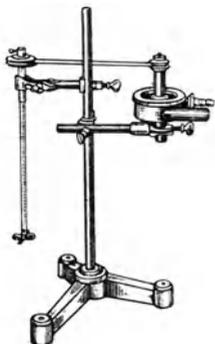


Abb. 79. Wasserturbine mit abgeschlossenem Flügelrührer.

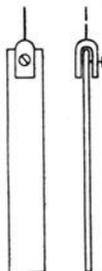


Abb. 80. Glasplattenrührer.

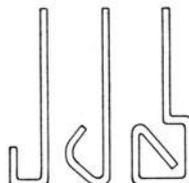


Abb. 81. Glasstabrührer.

Die mechanische Rührvorrichtung besteht aus dem Rührer und der Antriebsvorrichtung.

Antriebsvorrichtungen: Elektromotor oder Wasserturbine, die an die vorhandene Wasserleitung angeschlossen werden kann (Abb. 79).

Zur Übertragung der Bewegung dienen kleine Riemenscheiben (Schnurscheiben) aus Holz und Lederriemen. Durch Anwendung sog. Stufenscheiben kann die Übersetzung und somit die Geschwindigkeit verändert werden.

Rührerformen: Sehr wichtig für die Wirkung ist die Form des Rührers. Ein einfacher Rührer besteht aus einer langen, schmalen Glasplatte, die in einen entsprechenden Metallhalter eingespannt werden kann. Um die einzuspannende Stelle des Plattenrührers wird vorteilhaft ein Papier- oder Blechstreifen gelegt, um ein Zerspringen beim Anziehen der Schrauben zu vermeiden (Abb. 80). Die Regulierung der Rührungsintensität kann so erreicht werden, daß man den Rührer etwas schief einspannt, wodurch die zu rührende Flüssigkeit heftiger durchgeschleudert wird.

Die selbst angefertigten Glasstabrührer sollen möglichst dem Reaktionsgefäß angepaßt sein (Abb. 81). Die Rührerachse läßt man in einer mit etwas Hahnfett geschmierten Glasrohrführung laufen, die durch eine Klammer gehalten wird.

Flügelrührer (Abb. 79) bestehen aus Glasstäben, die am unteren Ende senkrecht zur Achse zwei oder vier Querstäbe angeschmolzen tragen.

Für enghalsige Kolben verwendet man Schraubenrührer (Abb. 82) oder klappbare Rührer (Zentrifugalrührer). Bei letzteren hängen die Flügel in der Ruhelage senkrecht herab. Der Rührer läßt sich in diesem Zustand leicht

durch den engen Kolbenhals stecken. Erst beim Rotieren spreizen sich die beiden Flügel (Abb. 83).

Ein Rührer mit besonderer Saugwirkung ist der WITTSche Rührer, welcher besonders zum Durchmischen von Flüssigkeiten verschiedenen spezifischen Gewichtes (bei denen sich also die eine Flüssigkeit am Boden des Reaktionsgefäßes ansammelt) gute



Abb. 82.
Schrauben-
rührer.



Abb. 83.
Zentrifugal-
rührer.



Abb. 84.
Wittscher
Rührer.

Dienste leistet. Er besteht aus einer Glasbirne, die unten offen ist und seitlich Öffnungen besitzt (Abb. 84). Läßt man diesen Rührer in einer Flüssigkeit rotieren, so wird zunächst durch die Zentrifugalkraft die Flüssigkeit aus dem Inneren der Birne durch die seitlichen Löcher herausgeschleudert. Es entsteht ein Vakuum in der Birne, welches die Flüssigkeit aus dem unteren Teil des Gefäßes veranlaßt, in die Birne hineinzusteigen, von dort wird sie aber sogleich wieder herausgeschleudert usw.

Bei den meisten dieser Rührvorrichtungen tritt nach einiger Zeit ein „Mitrotieren“ der Flüssigkeit in derselben Richtung ein. Um dies zu vermeiden, hat man Rührer konstruiert, die abwechselnd links und rechts angetrieben werden, also quirlartig.

2. Schüttelvorrichtungen. Sind größere Flüssigkeitsmengen längere Zeit in Bewegung zu halten, werden Schüttelmaschinen verwendet, in die man die gut verschlossenen Flaschen, die das Reaktionsgemisch enthalten, einspannt.

Je nach der Art der Bewegung unterscheiden wir drei Hauptgruppen von Schüttelapparaten.

a) Mit hin und her gehender Bewegung. Das zu schüttelnde Gefäß wird auf einen Rahmen oder Wagen gespannt, welcher durch eine Kolbenstange in eine hin und her gehende,

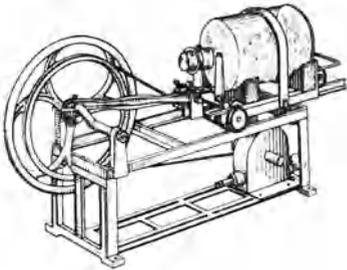


Abb. 85. Schüttelapparat mit hin und her gehender Bewegung.

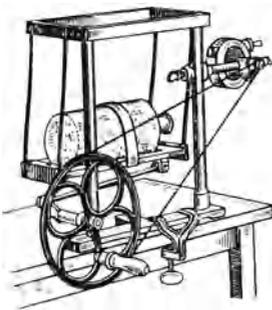


Abb. 86. Schüttelapparat mit schaukelnder Bewegung.

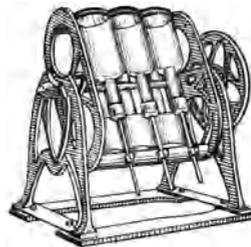


Abb. 87. Schüttelapparat mit rotierender Bewegung.

geradlinige Bewegung versetzt wird. Als Führung dienen Schienen (Abb. 85).

b) Mit schaukelnder Bewegung. Das Gefäß hängt an Stangen, welche an einer Achse hin und her pendeln (Abb. 86).

c) Mit rotierender Bewegung. Die Flaschen, die bis zur Hälfte mit Flüssigkeit gefüllt sind, werden auf sich drehende Scheiben so aufgespannt, daß bei der Drehung die enthaltene Flüssigkeit hin und her geschleudert wird (Abb. 87).

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

HOUBEN: Die Methoden der organischen Chemie. 1925.

LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

7. Sieben.

1. Sieben. Zweck des Siebens ist die mechanische Trennung eines festen Stoffes nach der Teilchengröße.

Durchführung: Man schüttet die Substanz durch Siebe verschiedener Maschenweite und erhält so mehrere Anteile (Fraktionen), die sich durch ihre Korngröße unterscheiden.

Die Siebe werden entweder aus durchlochem Blech, feinmaschigem Drahtnetz oder Seidenflor hergestellt. Die neueren Lochplatten und Geflechte aus Kunststoffen sind häufig viel beständiger gegen chemische Einwirkungen als Metallsiebe.

Man spannt die Siebe trommelartig auf einen Rahmen oder Blechzylinder. Bei kleineren Laboratoriumssieben ist es zu empfehlen, das Sieb nicht auf einen Holzrahmen aufzunageln, sondern es zwischen zwei aufeinanderschiebbare kreisrunde Metallrahmen, von denen der äußere mit Hilfe einer Schraube enger und weiter gestellt werden kann, einzuklemmen, wodurch eine rasche Auswechslung sowie einfache und gründliche Reinigung ermöglicht wird (Abb. 88).

Das zu siebende Material (Siebgut) muß auf dem Sieb hin und her bewegt werden, damit alle Teilchen einmal an die Sieboberfläche gelangen. Von Hand aus geschieht diese Bewegung durch ruckweises Hin-und-Her-Bewegen des ganzen Siebes oder durch ständiges Durchrühren des Siebgutes auf dem Siebe mit einem Spatel, Pistill oder Pinsel.

Größere Substanzmengen werden in Siebschüttelmaschinen



Abb. 88.
Auswechselbares Sieb.

gesiebt, die gleichzeitig eine Auf-abwärts- und eine Vor-rückwärts-Bewegung ausführen.

Ganz feine Pulver erhält man durch Beuteln oder Schlämmen.

Beuteln: Über die Öffnung eines zylindrischen Gefäßes spannt man einen feinen Seidenflor, streut das Siebgut darauf und bindet darüber ein Ledertuch. Nun schlägt man andauernd mit einem Gummiklöppel auf das Leder. In dem Gefäß sammelt sich ein äußerst feines Pulver.

Da sich beim Sieben meist feinsten Materialstaub in Bewegung befindet, sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen gegen das „Verstauben“ im Raum zu treffen. Vor allem sind auch die Atmungsorgane durch Staubschutzgeräte zu schützen, da feinsten Staub sehr gesundheitsschädlich wirken kann.

Die verwendeten Siebe sind in ihrer Drahtstärke, Maschenweite und Maschenzahl durch Normen genau festgelegt. So ist z. B. für Prüfsiebe nur Drahtgewebe glatter Webart vorgeschrieben.

Der Zusammenhang zwischen Siebnummer und Maschenzahl ergibt sich aus den unten angeführten Zahlen, die einem Normblatt entnommen sind.

Gewebenummer	Maschenzahl je Quadratcentimeter	Lichte Maschenweite in Millimeter	Drahtdurchmesser in Millimeter
4	16	1,5	1,00
5	25	1,2	0,80
8	64	0,75	0,50
10	100	0,60	0,40
20	400	0,300	0,20
50	2500	0,120	0,08
100	10000	0,060	0,04

2. Schlämmen. Es beruht auf der Tatsache, daß von einem gepulverten festen Stoff, wenn er in einer Flüssigkeit, in welcher

er unlöslich ist, suspendiert (aufgeschlämmt) wird, die größeren Teilchen zuerst zu Boden sinken, so daß schließlich eine sehr feine Suspension erhalten bleibt, aus der sich oftmals erst nach vielen Stunden die Substanz vollständig wieder absetzt. Gießt man von Zeit zu Zeit die einzelnen Schlammfraktionen vom Bodensatz ab, so erzielt man eine Trennung nach verschiedener Korngröße. Das Abgießen der überstehenden Flüssigkeit nennt man Dekantieren.

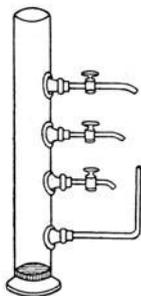


Abb. 89.
Schlamm-
zylinder.



Abb. 90.
Sedimentär-
kelch.

Durchführung in Schlämmzylindern (Abb. 89), das sind Standzylinder, die in verschiedenen Höhen Tuben angesetzt haben, die zur Entnahme der einzelnen Fraktionen dienen.

3. Sedimentieren. Die Trennung eines festen Stoffes kann nicht nur nach der Teilchengröße, sondern bei Gemischen auch nach dem spezifischen Gewicht, also nach der verschiedenen Schwere der einzelnen Bestandteile erfolgen. Diesen Vorgang nennt man Sedimentation.

Man bringt die zu trennende feste Substanz in eine spezifisch schwere Flüssigkeit, in welcher beide Teile unlöslich sind, und bewirkt nun durch allmähliches Verdünnen der Flüssigkeit die Zerlegung des Gemisches in einen untersinkenden schwereren und einen schwebenden leichteren Anteil.

Zur praktischen Durchführung bedient man sich einfacher Kelchgläser, der sog. Sedimentärkelche (Abb. 90).

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

8. Wägen.

A. Wirkungsweise der Waage.

1. Das Gewicht. Das absolute Gewicht eines Körpers wird durch Wägung mit der Waage bestimmt. Als Gewichtseinheit dient 1 g, d. i. das Gewicht von 1 ccm chemisch reinen Wassers von +4° C.

Davon abgeleitete Einheiten sind:

Kilogramm	1 kg = 1000 g
Dekagramm	1 dkg = 10 g
Tonne	1 t = 1000 kg
Zentner	1 Ztr. = 50 kg
	1 Meterzentner (1 q) = 100 kg
Milligramm	1 mg = 0,001 g.

2. Der Hebel. Die Waage beruht auf der Wirkungsweise des Hebels.

Ein Hebel ist eine unbiegsame, um einen Punkt (Dreh- oder Stützpunkt) drehbare Stange, an der Kräfte wirken (Kraft und Last), welche sich im entgegengesetzten Sinne um ihren Stützpunkt zu drehen bestreben.

An dem Hebel herrscht Gleichgewicht, wenn die Drehwirkung der rechtsdrehenden Kräfte gleich ist der Drehwirkung der linksdrehenden Kräfte. Unter Drehwirkung versteht man das Produkt aus der Kraft und dem dazugehörigen Teil des Hebels bis zum Stützpunkt (Kraftarm).

Der Gleichgewichtssatz lautet demnach:

$$\text{Kraft} \times \text{Kraftarm} = \text{Last} \times \text{Lastarm.}$$

Man unterscheidet mehrere Arten von Hebeln:

1. Der gleicharmige Hebel, bei dem die beiden Hebelarme gleich lang sind. Anwendung beim Waagebalken der gleicharmigen Waage.

2. Der zweiarmige, ungleicharmige Hebel, bei dem die beiden Hebelarme verschieden lang sind. Anwendung bei der Zange, Schere usw.

3. Der einarmige Hebel. Anwendung bei der Brechstange, wenn sie unter die Last geschoben wird.

Die im Laboratorium verwendeten Waagen sind fast durchwegs gleicharmige Waagen. Die Gleichgewichtslage einer solchen soll daher näher betrachtet werden.

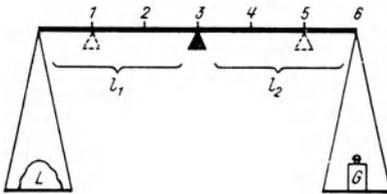


Abb. 91. Hebelgesetz (Wirkungsweise der Waage).

Der Waagebalken einer Waage sei beispielsweise in sechs gleiche Teile geteilt (Abb. 91).

L ist die aufgelegte Last, G das aufgelegte Gewicht, l_1 und l_2 die beiden Hebelarme, die zu L und G gehören.

Nach oben Gesagtem herrscht Gleichgewicht, wenn $L \times l_1 = G \times l_2$, daraus ergibt sich für das Gewicht

$$G = \frac{L \times l_1}{l_2}.$$

a) Der Stützpunkt sei in der Mitte des Waagebalkens, also im Punkt 3. Dann ist: $l_1 = 3$ Teile, l_2 ebenfalls = 3 Teile. Die Last sei zu 10 kg angenommen.

$$G = \frac{10 \times 3}{3} = 10 \text{ kg,}$$

d. h. L und G sind gleich.

b) Der Stützpunkt sei näher der Last, z. B. im Punkt 1 des Waagebalkens. Dann ist $l_1 = 1$ Teil und $l_2 = 5$ Teile.

$$G = \frac{10 \times 1}{5} = 2 \text{ kg.}$$

Das aufzulegende Gewicht entspricht einem Fünftel der Last, wenn sich die Längen der beiden Waagebalken wie 1:5 verhalten (Prinzip der Dezimalwaage, Verhältnis 1:10).

c) Befindet sich der Stützpunkt im Punkt 5, dann errechnet sich $G = 50$ kg.

3. Die gleicharmige Waage. Die gleicharmige Waage besteht, wie schon ihr Name sagt, aus zwei gleich langen Waagebalken, so daß sich der Drehpunkt genau in der Mitte des Hebels befindet. Das aufgelegte Gewicht entspricht also dem tatsächlichen Gewicht der abgewogenen Last.

Eine gleicharmige Waage muß sein:

1. stabil, d. h. der Schwerpunkt der Waage muß unter der Mittelschneide liegen, damit sie bei Neigung des Waagebalkens nicht umkippt;

2. richtig, d. h. die beiden Hälften des Waagebalkens müssen in bezug auf Länge und Gewicht vollkommen symmetrisch gebaut sein und die beiden Waagschalen müssen gleich schwer sein. Das wird daran erkannt, daß die Waage in unbelastetem Zustand die Nullstellung einnimmt, die sich auch nach Vertauschung der Waagschalen nicht ändern darf;

3. genügend empfindlich, d. h. sie muß bei ihrer größten zulässigen Belastung noch ein hinreichend kleines Übergewicht anzeigen.

Die angestrebte Empfindlichkeit einer Waage richtet sich naturgemäß nach ihrer Verwendung.

Bedingungen für die Erreichung einer großen Empfindlichkeit sind:

a) Das vorhin erwähnte kleine Übergewicht, das noch einen Ausschlag anzeigt, muß möglichst klein sein. Das ist aber nur dann der Fall, wenn auch das Eigengewicht der Waage möglichst klein ist.

b) Die Länge des Waagebalkens muß möglichst groß sein.

c) Alle Bewegungshindernisse müssen möglichst klein sein. Aus diesem Grunde läßt man die Waagebalken bei empfindlichen Waagen mittels Messerschneiden auf Unterlagen aus Stahl oder Achat aufrufen und hängt die Waagschalen ebenso auf. Auf diese Weise erhält man auch für kurze Waagebalken, die den Vorteil des raschen Schwingens besitzen, eine genügend große Empfindlichkeit.

d) Der Waagebalken muß möglichst biegefest sein. Er besteht aus Messing, Aluminium oder Eisen. Stahl ist unbrauchbar, da derselbe magnetisch werden kann.

4. Wägen mit unrichtigen Waagen. Auch mit unrichtigen Waagen kann richtig gewogen werden.

1. BORDASche Taraabwägung.

Die Ware W wird mit einer Tara austariert und hierauf erstere mit dem Gewicht G vertauscht. $W = G$.

2. Doppelwägung nach GAUSS.

Man legt den Gegenstand auf die linke Waagschale und stellt durch Auflegen der Gewichte auf die rechte Schale Gleichgewicht her (Pg). Dann legt man den Gegenstand auf die rechte Waagschale und ermittelt wiederum das Gewicht (Qg). Das wahre Gewicht berechnet sich nun annähernd nach der Formel:

$$G = \frac{P + Q}{2}.$$

B. Die Waagen des Laboratoriums und des Chemiebetriebes.

1. Die Dezimalwaage (Abb. 92). Diese ist nach dem Prinzip des ungleicharmigen Hebels gebaut. Die auf der Brücke liegende Last L wirkt durch Vermittlung des Stangensystems so, als ob sie unmittelbar in A hänge.

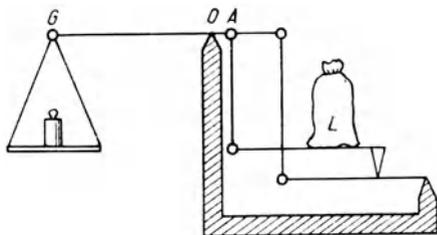


Abb. 92. Dezimalwaage.

Nun ist das Verhältnis der beiden Waagebalken $GO : OA = 10 : 1$, das bedeutet, daß die in der Waagschale liegenden Gewichtsstücke nur den zehnten Teil des Gewichtes der auf der Brücke liegenden Last betragen.

Ist das Verhältnis von $GO : OA = 100 : 1$, dann bezeichnet man die Waage als Zentesimalwaage.

2. Die Tafelwaage (Abb. 93). Die Tafelwaage, die auf dem Prinzip des gleicharmigen Hebels beruht, enthält ein doppeltes Stangensystem, welches bewirkt, daß sich beide Waagschalen nur parallel zu sich selbst auf und ab bewegen können.

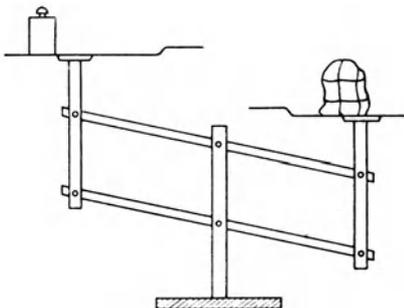


Abb. 93. Tafelwaage.



Abb. 94. Hornschalenwaage.

3. Die Hornschalenwaage (Abb. 94). Diese besteht aus einem Waagebalken aus Metall, der oberhalb seines Drehpunktes an einem Haken aufgehängt wird. Die runden Waagschalen aus Horn sind durch Seidenschnüre an den Enden des Waagebalkens befestigt. Die Hornschalenwaage hat je nach ihrer Größe eine Tragkraft von 10 bis 200 g, bei einer Empfindlichkeit von 3 bis 30 mg. Die Balkenlänge beträgt 8 bis 20 cm. Sie dient für rasche Wägungen bei präparativen Arbeiten.

4. Die Präzisions- oder Apothekerwaage (Abb. 95). Die Präzisionswaage ist prinzipiell ebenso gebaut wie die analytische Waage, jedoch massiver, hat daher eine kleinere Empfindlichkeit bei einer größeren möglichen Belastung. Die Pfannen sind sämtlich hohl. Falls die Waage mit einer Arretiervorrichtung versehen ist, dient dieselbe lediglich zur Schonung der Mittelschneiden bei Stößen und beim Aufsetzen schwerer Belastungen.

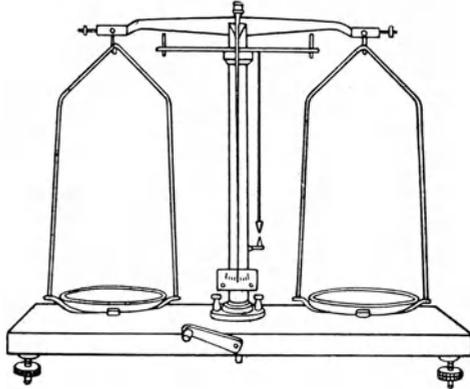


Abb. 95 Präzisionswaage.

Die Ablesevorrichtung, die aus einem Zeiger und einer Skala besteht, muß auch kleine Winkelbeträge deutlich erkennen lassen.

Die Waage ruht auf einem Holzbrett. Durch Stellschrauben wird eine genaue Horizontalstellung erzielt.

Anwendung: Zur Wägung bei präparativen Arbeiten, zur Abwägung von Salzen bei der Herstellung von Lösungen usw.

Die Tragkraft solcher Waagen beträgt 100 g bis 2 kg.

5. Die analytische Waage. Die wichtigste Waage des Laboratoriums, die eine genaue Kenntnis ihrer Einrichtung und ihrer Behandlung voraussetzt, ist die analytische Waage

Mit ihrer Beschreibung, mit der Ausführung von Wägungen auf derselben wird sich das folgende Kapitel ausführlich beschäftigen.

C. Die analytische Waage.

Die analytische Waage dient zur Ausführung von Wägungen, wie sie bei der Analyse chemischer Stoffe erforderlich sind. Sie ist für Höchstbelastungen von 100 bis 200 g, in manchen Fällen bis 500 g, bei einer Empfindlichkeit von 0,05 bis 0,1 mg bzw. 0,2 mg gebaut (Abb. 96).

1. Einzelheiten der analytischen Waage. 1. Der durchbrochene Waagebalken besteht aus Messing, besser in vernickelter, verchromter oder vergoldeter Ausführung. Seine Form ist flach oder hoch dreieckig. Jede Hälfte des Waagebalkens ist in 10 oder 20 gleiche Teile eingeteilt, kenntlich gemacht durch Einschnitte

(Kerben) auf der oberen Seite zum Auflegen des Reitergewichtes („Reiterlineal“).

2. Der *verschiebbare Haken* zum Auflegen des Reitergewichtes besteht aus einer parallel dem Reiterlineal verschiebbaren Stange mit einem Häkchen, das bei der Drehung der Stange den Reiter an seinem Öhr abzuheben und aufzulegen gestattet. Das Reiter-

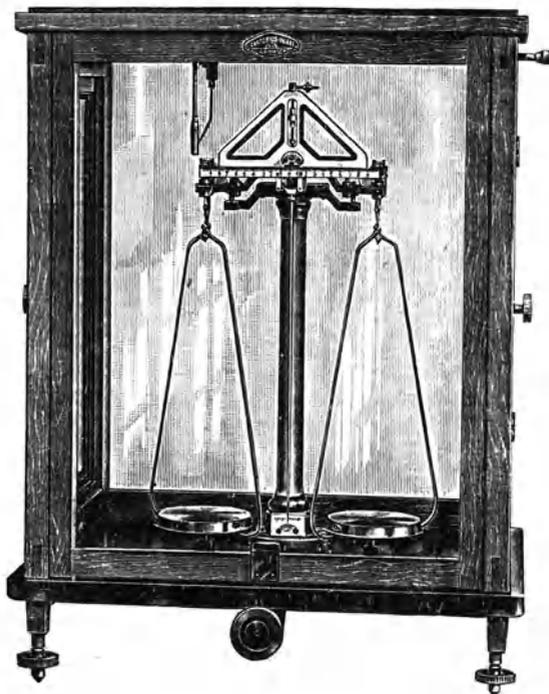


Abb. 96. Analytische Waage (Sartoriuswerke Göttingen).

gewicht besteht aus Platin oder Aluminium und wiegt in den meisten Fällen 0,01 g.

Durch die Teilung des Waagebalkens können somit einzelne Bruchteile von Milligrammen abgewogen werden. Die Verschiebung des Reiters wirkt sich so aus, als wenn man die Waagschale der gleichen Seite belasten würde.

3. An den Seiten des Waagebalkens sind kleine *Schraubchen* angebracht, die zur Berichtigung der Länge des Waagebalkens dienen.

4. Die Empfindlichkeit wird durch Hinauf- oder Herabschrauben des in der Mitte befindlichen *Laufgewichtes* reguliert.

5. Die *Schalen* hängen an den Enden des Waagebalkens mit Hilfe von Schneiden in den sog. Pfannen. Sie sind nicht starr mit diesen verbunden, sondern durch ein Gelenk. Dadurch stellt sich ihr Schwerpunkt stets vertikal unter denselben Punkt der Pfanne und die Schalen bleiben beim Schwingen immer in horizontaler Lage.

6. Der *Drehpunkt des Waagebalkens* ist als Schneide gearbeitet, die in einer Pfanne ruht. Beide sind aus Achat hergestellt.

7. Mit dem Waagebalken fest verbunden ist ein nach unten gehender *Zeiger*. Das Zeigerende spielt auf einem Gradbogen (Skala), auf dem der Ausschlagswinkel beobachtet wird. Wenn der Zeiger vor der Skala spielt, erhält man durch Bewegen des Kopfes Ablesefehler. Um diese weitgehend zu vermeiden, wird die Ablesung durch eine vor der Skala befestigte Lupe vorgenommen. Die Skala ist in 20 Teile eingeteilt, und zwar entweder so, daß der linke Teilstrich als 0, der Teilstrich in der Mitte als 10 und der rechte als 20 gezählt wird. Andere Waagen beginnen links mit dem Teilstrich -10 , bezeichnen die Mittelstellung mit 0 (Null) und den rechten Teilstrich als $+10$. Bei dieser Art der Bezifferung ist bei der Ablesung auf Vorzeichenfehler zu achten.

8. Die *Festlegung* (Arretierung) für den Waagebalken und die Waagschalen dient dazu, um diese bei Nichtgebrauch der Waage zur Schonung der Drehschneiden von den Unterlagsplatten abzuheben. Sie kann verschieden ausgeführt sein, immer jedoch werden dabei die Schneiden von den Pfannen abgetrennt. Die Achsen bestehen aus Schneiden und Pfannen aus Achat oder nichtrostendem Stahl. Die Pfannen sind plan, die Schneiden prismatisch geschliffen, um eine leichte Beweglichkeit zu erzielen. Die Arretierung verhindert auch das Abgleiten der Pfannen von den Endschneiden und der Mittelschneide von der Mittelpfanne. Unter den Waagschalen sind gepolsterte Stempel angebracht, die sich bei der Arretierung heben, damit die Waagschalen auf ihnen aufliegen können.

a) Fallende Arretierung. Die Mittelpfanne liegt nicht fest, sondern sie bildet den obersten Teil einer in der Waagensäule senkrecht geführten Stange, die sich mit ihrem unteren Ende auf einer Exzenter stützt. Wird dieser Exzenter um eine Achse mit Hilfe einer Kurbel gedreht, bewegt sich die Stange auf und nieder. In der niedrigsten Stellung setzt sie den Waagebalken auf ein Querhaupt ab. Seitlich liegt der Balken auf zwei ihn eben berührenden Kanten. Er ist somit in einer völlig sicheren Lage. Bewegt man das Mittellager nach oben, so setzt sich die Schneide stets auf dieselbe Stelle der Pfannen. Die

Endpfannenfassungen tragen je zwei kleine Achatkuppen, die sich noch ehe der Balken beim Aufwärtsbewegen der Stange festgelegt wird auf Achatlager desselben Querstückes aufsetzen.

b) Steigende Arretierung. Durch Drehung des vorgelagerten Arretierungsgriffes hebt und senkt sich durch einen Exzenter eine in der Waagensäule liegende Stange, die oben ein Querstück trägt. Dieses faßt unterhalb zwei Arme, welche sich um eine gemeinsame Achse schwingenartig drehen, die in der Verlängerung der Mittelschneide liegt. Jeder dieser Arme greift auf einer Seite der Waage mittels Achatköpfchen und Lagern unter den Balken und die Endpfannen und trennt so die Pfannen und Schneiden. Infolge der schwingenden Bewegung der Hebel fassen, wie schief auch der Balken im Augenblick des Eingriffes stehen mag, die Arretierungsteile stets korrekt ineinander.

Bei arretierter Waage soll der Zeiger gerade über dem mittleren Teilstrich stehen. Die Arretierung soll den Balken beiderseits gleichzeitig lösen. Schneiden und Pfannen und Angriffsstellen der Arretierung müssen ganz rein, staubfrei, vor allem auch fettfrei sein.

9. Zum Schutz vor Staub und Luftzug steht die Waage in einem *Waagegehäuse*. Dieses besteht aus einem Holzgerüst mit Glaswänden. Die Grundplatte ist aus schwarzem Glas, die Vorderseite als Schieber und eventuell die Seiten als Türen ausgeführt. Die Waage soll nie mit Leder oder Baumwollstoff gereinigt werden, sondern mit Leinen und einem Pinsel.

2. **Aufstellung der analytischen Waage.** Die analytische Waage soll keinesfalls im eigentlichen Laboratorium, sondern möglichst in einem eigenen Raum, fern vom Ofen oder Heizkörper, an einem hellen Ort erschütterungsfrei aufgestellt sein. Die genaue Horizontalstellung wird mit Hilfe der *Fußschrauben* und des *Senkels* oder der Libelle vorgenommen.

3. **Der Gewichtssatz.** Der zur analytischen Waage gehörende Gewichtssatz soll bei der Waage selbst aufbewahrt werden, und zwar in einem Kästchen, das mit Samt ausgekleidet ist. Darin liegen die Gewichte in Vertiefungen. Gereinigt dürfen die Gewichte nur durch Abstauben mit einem Pinsel werden. Die Handhabung geschieht ausschließlich mit einer Pinzette, deren Enden vorteilhaft mit Elfenbeinspitzen versehen sind.

Die Gewichte bestehen aus Messing, sollen aber vergoldet oder vernickelt sein. Nur die kleinsten Stücke sind aus Platin oder Aluminium.

Im Gewichtssatz ist die möglichst kleinste Anzahl Gewichte enthalten, mit denen sich alle Zwischenwerte bis zu einem bestimmten Höchstwert erreichen lassen.

Form der Gewichte: Jene von 1 g und darüber werden als Zylinder oder Kegelstümpfe mit einem einschraubbaren Kopf zum Anfassen ausgeführt. Unter dem Schraubenloch ist eine

kleine Höhlung vorhanden, die zur Aufnahme von etwas Trierematerial bei einer eventuell nötigen Überprüfung dient. Die Bruchgramme bestehen aus Blech mit umgebogener Kante zum Anfassen mit der Pinzette. Alle Einheiten mit 1, also 0,1 und 0,01 g, sind dreieckig, Zweiereinheiten viereckig und die Fünfeinheiten fünf- oder sechseckig. Da in jedem Gewichtssatz gleiche Stücke vorhanden sind, werden dieselben zur Unterscheidung, besonders bei den größeren Gewichten, mit einem eingeschlagenen Sternchen oder Pünktchen versehen. Dadurch wird es ermöglicht, stets mit den gleichen Gewichtsstücken zu wägen, wodurch Ungenauigkeiten durch kleine Fehler an den einzelnen Gewichten ausgeschlossen werden.

Ein Gewichtssatz enthält z. B. folgende Gewichtsstücke:

200 g,	100 g,	100 g*,	50 g,	20 g,
10 g,	10 g*,	5 g, 2 g,	1 g, 1 g*,	1 g**
0,5 g,	0,2 g	0,1 g,	0,1 g,	
0,05 g,	0,02 g,	0,02 g,	0,01 g	und den Reiter.

Die neue Stückelung sieht außerdem noch Dreiereinheiten vor, enthält also je ein Gewichtsstück zu 100 g, 50 g, 30 g, 20 g, 10 g, 5 g, 3 g, 2 g, 1 g usw., wodurch die Anzahl der zur Wägung verwendeten Gewichtsstücke verringert wird.

4. Fortschritte und Neuerungen an analytischen Waagen. Neben der hohen Empfindlichkeit einer analytischen Waage wird besonderer Wert darauf gelegt, die Wägung einfacher und schneller zu gestalten (Abb. 97).

1. Die *Luftdämpfung* ist unter den Waagschalen oder noch besser unterhalb der Aufhängung derselben angebracht. Sie besteht aus zwei leichten, dünnen, ineinandergehenden Aluminiumzylindern. Der äußere Zylinder ist mit einer Schelle an der Waagensäule befestigt, der innere ist beweglich und in weitem Abstand vom äußeren, so daß selbst bei stark pendelnden Waagschalen ein Berühren der beiden Zylinder ausgeschlossen ist.

Die Dämpfung erfolgt durch die Luftreibung an den Wänden der Dämpfungszylinder und nicht etwa durch Kompression der Luft. Die Schwingungen fallen gänzlich fort, da sich bereits nach einer Schwingung die Waage in die Ruhelage einstellt, wodurch eine beträchtliche Zeitersparnis erreicht wird. Die äußeren Dämpfungszylinder können unten geöffnet und dadurch leicht gereinigt werden. Außerdem besitzen sie oben einen kleinen Regulierungsschieber, mit welchem man die Stärke der Dämpfung nach Bedarf einstellen kann.

Durch die Anordnung der Dämpfungskammern direkt unter dem Waagebalken können keinerlei Substanzen in die Dämpfungseinrichtung fallen, die Dämpfertöpfe können leicht entfernt

werden und dann die Waage wie eine normale Analysenwaage ohne Dämpfungseinrichtung verwendet werden.

2. Die *Reiterverschiebung* ist so konstruiert, daß ein Herabfallen des Reiters unmöglich wird und der Reiter nicht schwingen kann, sondern beim Aufsetzen sofort wieder in die Ruhelage kommt. Der Reiter ist im Körper der Reiterverschiebung in

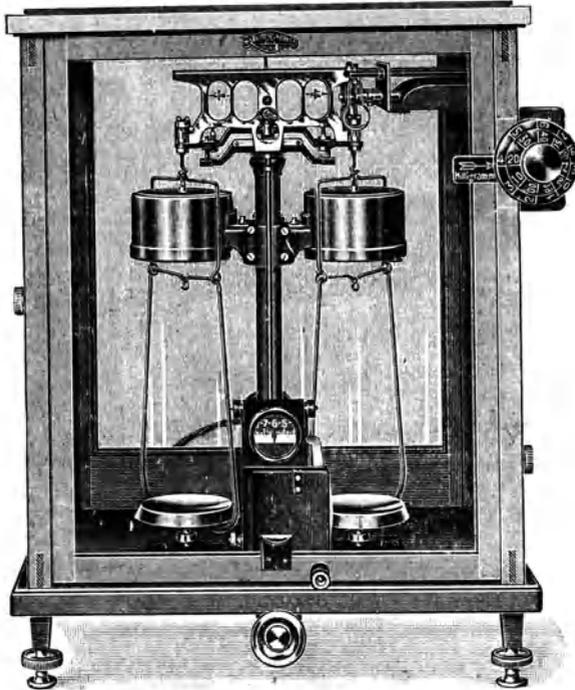


Abb. 97. Analytische Waage mit Luftdämpfung, automatischer Gewichtsaufgabe und optischer Zeigerablesung (Sartoriuswerke Göttingen).

einem passenden Gehäuse aufgehängt und in einem Schlitz mittels eines Zahnrades hebbbar und senkbar.

3. Die *Gewichtsaufgabe* der Bruchgramme geschieht von außen. Die Gewichte sind Ringgewichte oder hakenförmig und werden mittels eines Hebels, der durch einen Drehknopf betätigt wird, aufgelegt bzw. abgenommen. Die Ablesung dieser Gewichte erfolgt an der Drehscheibe.

4. Die *Zeigerablesung* erfolgt mittels optischer Instrumente (Lupe oder Projektionsvorrichtung). Diese sind vorteilhaft fest mit der Waagensäule verbunden, so daß keine Nullpunktänderung

eintreten kann. Nur das Ableseokular befindet sich am äußeren Schiebefenster, was aber die Ablesung selbst in keiner Weise beeinflussen kann.

5. Die *stoßfreie Aufstellung* der Waage wird durch Einsetzen von Gummipuffern in die Metallunterlagen erzielt.

6. Bei den sog. *Industrieschnellwaagen* werden sämtliche Gewichte von außen aufgelegt und gleichzeitig das gesamte Gewicht registriert, so daß das Gewicht bis 10 mg direkt abgelesen werden kann. Die optische Ablesungseinrichtung gestattet dann die Ablesung von 10 bis 0,1 mg direkt auf einer Skala.

5. **Die Ruhelage der Waage.** Die Ruhelage des Zeigers ist jene Stellung, die er einnehmen würde, wenn die Waage nach den immer kleiner werdenden Schwingungen von selbst zum Stillstand kommt. Um diese Ruhelage des Zeigers auf der Skala zu bestimmen, wartet man nicht ab, bis er tatsächlich zum Stillstand kommt, sondern beobachtet auf der Skala eine ungerade Anzahl von Schwingungen, bildet das Mittel aus den Ablesungen links, dasjenige aus den Ablesungen rechts und endlich das Hauptmittel aus diesen beiden Einzelmitteln.

Beispiel: Es wurden folgende Umkehrpunkte beobachtet:

Links	Rechts
5	18
5,4	17,2
5,8	

daraus berechnen sich die Mittel: $16,2:3 = 5,4$ $35,2:2 = 17,6$
aus diesen ergibt sich das Hauptmittel:

$$\frac{5,4 + 17,6}{2} = \frac{23}{2} = 11,5 \text{ (das ist also die Ruhelage).}$$

6. **Die Empfindlichkeit der analytischen Waage.** Unter Empfindlichkeit (bezeichnet mit e) versteht man die Größe des Zeigerausschlages bei einer Mehrbelastung einer Schale von 1 mg, das ist also die Anzahl der Teilstriche, die 1 mg entsprechen.

Die Empfindlichkeit ist im allgemeinen abhängig von der Belastung.

Um sie zu bestimmen, belastet man beide Schalen gleich stark und bestimmt die Ruhelage n_1 , dann legt man auf eine Seite ein Übergewicht p mg und bestimmt wieder die Ruhelage n_2 . Die Empfindlichkeit errechnet sich dann aus:

$$\frac{n_1 - n_2}{p} \text{ Skalenteilen pro Milligramm.}$$

Diese Bestimmung führt man bei verschiedenen Belastungen (0 g, 1 g, 2 g, 5 g, 10 g, 20 g, 50 g, 100 g) durch und trägt die erhaltenen Werte in eine Tabelle ein oder stellt die Empfindlich-

keit graphisch in ihrer Abhängigkeit von der Belastung dar. Aus der so erhaltenen Kurve kann jeder beliebige Zwischenwert für die Empfindlichkeit entnommen werden.

Beispiel:

	Beiderseitige Belastung 0 g		-- 0,5 mg Übergewicht p auf der einen Seite	
	Links	Rechts	Links	Rechts
Ausschlag ...	5,2	13	1	10,3
	5,6	13	1,5	9,5
	6		2	
Mittel	5,6	13	1,5	9,9

daraus ergibt sich $n_1 = 9,3$ $n_2 = 5,7$

$$e = \frac{n_1 - n_2}{p} = \frac{9,3 - 5,7}{0,5} = \frac{3,6}{0,5} = 7,2.$$

Das gleiche wird nun bei einer beiderseitigen Belastung von 1 g (bzw. 1 g + Übergewicht), dann 2 g usw. ausgeführt.

Die erhaltenen Werte seien:

Belastung in g	Empfindlichkeit e
0	7,2
1	8,8
2	9,4
5	9,5
10	9,2
20	7,9
50	7,7
100	6,3

Nun werden die gefundenen Werte in ein Koordinatensystem eingetragen und die Punkte zu einer Kurve verbunden.

Ein Koordinatensystem besteht aus zwei aufeinander senkrechten Geraden (Achsen). Die Waagrechte wird als Abszisse, die Senkrechte als Ordinate bezeichnet. Der Schnittpunkt der beiden Achsen ist der Nullpunkt (Ausgangspunkt). Auf der Senkrechten werden die Werte von e in einer gleichmäßigen Teilung (vorgezeichneter Maßstab), auf der Waagrechten die Werte der Belastung aufgetragen.

Zeichnung der Kurve: Der Wert e für die Belastung 1 g betrage nach der Tabelle 8,8. Dieser Wert wird nun auf der Senkrechten (e -Achse) eingetragen und von dort eine Parallele zur Waagrechten gezogen. Sodann wird auf der unteren Waagrechten die Belastung, in diesem Falle also 1 g eingetragen und von hier eine Parallele zur Senkrechten gezogen. Der Schnittpunkt der beiden gezogenen Linien ist der gesuchte Punkt. In derselben Weise werden alle übrigen Punkte bestimmt und miteinander verbunden (Abb. 98).

Zur Ermittlung irgendeines Zwischenwertes aus der Kurve verfährt man in umgekehrter Reihenfolge. Gesucht sei z. B. die Empfindlichkeit e für die Belastung 18 g. Man sucht den Punkt 18 auf der waagrechten Belastungslinie und zieht von dort eine Parallele zur Senkrechten. Vom Schnittpunkt dieser Geraden mit der Kurve wird nun eine Parallele zur Waagrechten gezogen und der Schnitt-

punkt derselben mit der senkrechten e -Achse ermittelt. Dies ist der gesuchte Wert für e , in unserem Falle 8,2.

7. Ausführung der Wägung. Ehe man den zu wägenden Körper auf die Waage bringt, hat man sich zu überzeugen, daß die Waage noch richtig schwingt. Ist dies nicht der Fall, so stellt man mittels der kleinen Schraubchen am Waagebalken die Waage so ein, daß der Zeiger bei der Ruhelage genau die Mitte anzeigt oder ihr doch sehr nahe kommt. Diese Einstellung bleibt gewöhnlich durch einige Wochen unverändert.

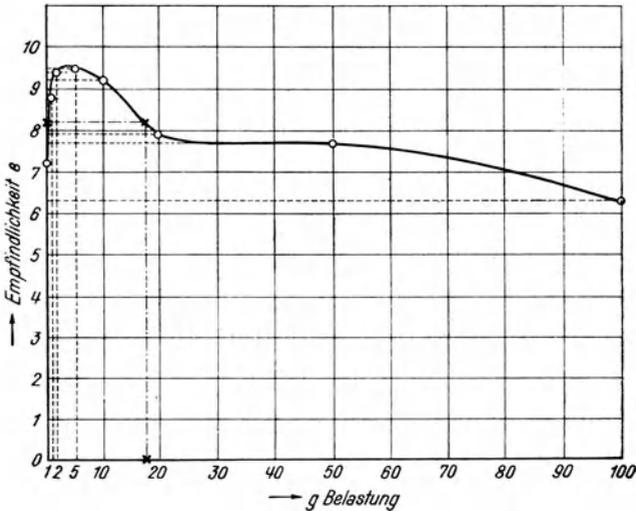


Abb. 98. Empfindlichkeitskurve.

1. Zur eigentlichen Wägung wird der Gegenstand auf die linke Waagschale gebracht, auf die rechte werden dagegen soviel Gewichte aufgelegt, bis nahezu Gleichgewicht herrscht. Nun verschiebt man den Reiter so lange, bis der Zeiger wieder die gleiche Ruhelage einnehmen würde wie vor der Belastung. Man wartet jedoch nicht, bis die schwingende Waage zur Ruhe gekommen ist, sondern beobachtet die Schwingungen links und rechts. Sind die Ausschläge beider Seiten gleich groß, kann man die Wägung als beendet ansehen. Es ist darauf zu achten, daß die Schwingungen nicht zu klein, aber auch nicht zu groß sind, um Fehler zu vermeiden. Die beiden ersten Schwingungen werden nicht mitgezählt, da dieselben durch die Erschütterung bei der Entarretierung und beim Schließen der Waagetüren nicht ein-

wandfrei sind. Die Dauer einer Schwingung soll bei langarmigen Waagen zwischen 10 und 15 Sekunden, bei kurzarmigen zwischen 6 und 10 Sekunden liegen. Eine größere Schwingungsdauer verursacht Zeitverlust, stärkere Dämpfung und meistens Unregelmäßigkeiten der Einstellung, welche die größere Empfindlichkeit wieder nutzlos machen würden.

Das Auflegen von Gewichten darf nur bei arretierter Waage, die Verschiebung des Reiters nur bei geschlossener Waage vorgenommen werden.

2. Da es genauer ist, die Waage in schwingendem Zustand zu beobachten, und das oft langwierige Verschieben des Reiters bis zur Einstellung des Gleichgewichtes zeitraubend ist, werden die Wägungen besser nach der *Schwingungsmethode* ausgeführt.

Bei dieser Methode, die dem Anfänger zwar umständlich erscheinen mag, aber ein beträchtlich rascheres Wägen bei Serienanalysen sowie eine größere Genauigkeit gewährleistet, wird folgendermaßen vorgegangen:

Vor der Wägung wird die Ruhelage bei unbelasteter Waage (Nullpunkt n_0) bestimmt. Bei einer einzigen Wägung genügt dies, bei mehreren Wägungen soll man die Ruhelage vor und nachher ermitteln und den Mittelwert zur Rechnung verwenden.

Dann wird der abzuwägende Körper aufgelegt und durch Gewichte nahezu Gleichgewicht hergestellt. Nun werden die Schwingungen beobachtet, wie dies bei der Bestimmung der Empfindlichkeit bereits beschrieben wurde, und dadurch die Ruhelage n bestimmt. Aus diesen beiden Werten und der aus der Tabelle oder Kurve entnommenen Empfindlichkeit (welche nur in größeren Zeitabständen neu bestimmt bzw. überprüft werden muß) wird das genaue Gewicht des Körpers errechnet.

Das Auflegen der Gewichte hat systematisch zu erfolgen und möglichst bei geschlossenem Schieber durch die rechte Seitentür.

Das Gewicht eines Körpers sei z. B. 47,384 g. Die Gewichte werden aus dem Kästchen der Reihe nach, vom größten in Frage kommenden Gewicht angefangen, aufgelegt, bzw. wenn es sich als zu hoch herausstellt, sofort wieder in das Kästchen zurückgebracht. In unserem Beispiel wäre dies folgendermaßen:

Auflegen des 50-g-Gewichtes, — es ist zu schwer, kommt zurück in den Gewichtssatz, Auflegen des 20-g-Gewichtes, — zu leicht, daher + 10 g, zu leicht, + 10 g, zu leicht, + 5 g, zu leicht, + 2 g, zu leicht, + 1 g, zu schwer, zurück in das Kästchen, + 0,5 g, zu schwer, zurück in das Kästchen, + 0,2 g zu leicht, + 0,1 g usw.

Das Gewicht des Körpers wird zum Schluß aus der Summe der Gewichte auf der Waagschale und der Stellung des Reiters ermittelt. Man mache es sich zur Angewohnheit, Gewichte und

Reiter stets und nur auf eine Seite der Waage zu legen. Zur Kontrolle des Gewichtes müssen die fehlenden Gewichte im Kästchen zusammengezählt werden. Ein Herumstellen der Gewichte im Waagekasten oder gar auf dem Tisch ist auf jeden Fall zu unterlassen.

Beispiel einer Wägung nach der Schwingungsmethode:

Die Nullstellung n_0 (das ist die Ruhelage bei unbelasteter Waage) ergab 9,3.

Aufgelegte Gewichte: 20,765 g, dabei wurde die Ruhelage $n = 17,9$ gefunden.

Die Anzahl der Milligramme, die zu diesem Gewicht noch zu- bzw. abgerechnet werden müssen, wird nun berechnet.

$$mg = \frac{n - n_0}{e},$$

wobei e die Empfindlichkeit bei dieser Belastung bedeutet und aus der Kurve abgelesen werden kann. Sie ist für zirka 20 g = 7,9.

Ist nun n größer als n_0 , dann ist die erhaltene Zahl positiv, wird daher zum Gewicht zugeschlagen.

Ist n kleiner als n_0 , dann ist die errechnete Zahl negativ, wird daher vom Gewicht abgezogen.

Unser Beispiel ergibt:

$$\frac{n - n_0}{e} = \frac{17,9 - 9,3}{7,9} = \frac{8,6}{7,9} = 1,1 \text{ mg.}$$

Das wahre Gewicht beträgt also $20,7650 + 0,0011 = 20,7661$ g.

Hätten wir jedoch anfangs auf die Waage 20,767 g aufgelegt, dann wäre als Ruhelage $n = 2,1$ gefunden worden; daraus errechnet sich

$$\frac{2,1 - 9,3}{7,9} = \frac{-7,2}{7,9} = -0,9 \text{ mg.}$$

Daraus ergibt sich das wahre Gewicht:

$$20,7670 - 0,0009 = 20,7661 \text{ g.}$$

Man kann sich der Mühe unterziehen, nicht die Empfindlichkeit in einer Kurve darzustellen, sondern deren reziproken Wert, d. h.

die Zahl $\frac{e}{1}$, das ist die Anzahl Milligramme, die einem Teilstrich entsprechen. Man hat dann keine Division, sondern eine einfache Multiplikation der erhaltenen Teilstrichdifferenz mit der aus der Kurve für die entsprechende Belastung abgelesenen Zahl durchzuführen.

Für unser Beispiel errechnen sich untenstehende Werte:

Belastung	Milligramm pro Teilstrich
0	0,139
1	0,114
2	0,106
5	0,105
10	0,109
20	0,127 usw.

Aus dieser Tabelle kann in ähnlicher Weise eine Kurve konstruiert werden, die dann jeden beliebigen Zwischenwert abzulesen gestattet. Die erste in unserem Beispiel angeführte Wägung hat ergeben: $n - n_0 = 8,6$. Diese Zahl wäre nun zu multiplizieren mit 0,127 (für die Belastung von 20 g); das ergibt + 1,1 mg.

8. Vorsichtsmaßnahmen beim Wägen. Die Waage muß nahezu die Temperatur des Raumes haben, in dem sie steht. Sonnenbestrahlung verdirbt die Wägung auf viele Stunden.

Bei der Wägung hygroskopischer (wasseranziehender) Substanzen, die sehr rasch vorgenommen werden muß, hilft es etwas, das Wägegehäuse auszutrocknen. Zu warnen ist vor reinem Calciumchlorid, dies s soll man stets mit frisch gebranntem Kalk mischen.

Auch die zu wägenden Gegenstände müssen dieselbe Temperatur wie die Waage haben.

Bei der Wägung der Milligramme muß der Schieber des Waagegehäuses geschlossen sein, um Fehler durch Luftzug zu vermeiden.

9. Wägegeräte. Nie soll auf der analytischen Waage eine Substanz auf Papier oder einem Kartenblatt abgewogen werden, weil diese leicht Feuchtigkeit anziehen und infolgedessen schon während des Wägens ihr Gewicht ständig verändern können.

Man mache es sich zum Prinzip, wenn möglich die Substanz gleich in das Gefäß einzuwägen, in dem gearbeitet werden soll, um Substanzverluste durch Umfüllen zu vermeiden. Da dies jedoch in vielen Fällen unmöglich



Abb. 99. Wägegläschen.



Abb. 100. Wägeschiffchen.

ist, verwendet man zum Abwägen eigene Wägegefäße. Anfassen derselben möglichst mit der Pinzette.

Wägegläschen (Abb. 99) sind kleine zylindrische Glasgefäße mit eingeschliffenem Glasstöpsel, welche je nach ihrem Verwendungszweck sowohl in der hohen Form als auch in der breiten, flachen Form (für Trockenbestimmungen) benutzt werden.

Wägeschiffchen (Abb. 100) aus Glas, Horn oder Metall, die ein leichtes Einfüllen der abgewogenen Substanz in das Analysengefäß gestatten.

Die nach dem Umfüllen an den Wandungen des Wägegefäßes haftenden Substanzreste werden mit einem Pinsel, einer Federfahne oder durch Abspritzen in das Wägegefäß gebracht.

Zum Einfüllen der Substanzen in das Wägegefäß verwendet man für feste Stoffe Löffel oder Spatel, für kleinste Mengen

Schreibfedern, die an einem Glasstab befestigt sind, für Flüssigkeiten Tropfröhrchen.

Sehr kleine Mengen kann man in kleinen, aus einem Glasrohr selbst hergestellten (Zuschmelzen und Plattdrücken, so daß es auf der Waagschale stehen kann) Nöpfchen einwiegen und das Ganze (Wägenöpfchen + Substanz) in das Analysengefäß bringen.

U-Rohre, Kaliapparate usw. sind mit einem sauberen, nicht-fasernden Leinentuch abzuwischen, zu verschließen und dann im Wägezimmer $\frac{1}{2}$ Stunde neben der Waage stehenzulassen, ehe sie gewogen werden.

Möglichst rasches Abwiegen ist anzustreben. Daher verwendet man Wägegefäße, deren Gewicht man bis auf 1 bis 2 mg voraus kennt, dieses auf das Wägegefäß eingätzt und am besten auch eine eigene Tara dafür angefertigt hat.

Die Wägung kann ausgeführt werden:

1. direkt, z. B. 1,4352 g;
2. als genaue Einwaage, z. B. 1,0000 g. Diese Wägung nimmt zwar etwas mehr Zeit in Anspruch, ist aber besonders für Serienanalysen übersichtlich und ermöglicht eine leichtere Berechnung der Analyse;
3. indirekt als Differenzwägung, die für hygroskopische und sehr zähflüssige Stoffe zu empfehlen ist. Dabei wird zuerst das Gewicht des gefüllten Wägegläschens (eventuell samt kleinem Glasstab) bestimmt, dann ein Teil des Inhalts in das Analysengefäß gebracht und das Wägegläschchen mit dem zurückbleibenden Rest abermals gewogen. Die Differenz der Wägungen ergibt das Gewicht der zur Analyse eingewogenen Substanz.

Die Wägung des gefüllten und leeren Wägegläschens soll tunlichst mit den gleichen Gewichtsstücken vorgenommen werden.

Um dem Wägegefäß und der Waage dieselbe Temperatur zu geben, muß ersteres vor der Wägung einige Zeit in der Nähe der Waage (in einem Exsiccator) aufbewahrt werden.

Bei der Durchführung von Analysen, z. B. Trockenbestimmungen, Aschenbestimmungen usw., muß die Wägung nach neuerlichem Trocknen oder Glühen wiederholt werden, bis sich das Gewicht nicht mehr ändert (Gewichtskonstanz).

Für rauchende Säuren, z. B. Oleum, wird ein Einschmelzröhrchen zur Wägung benutzt (Abb. 101). Man stellt sich eine

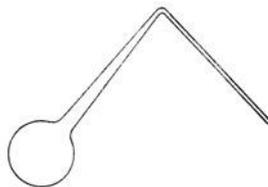


Abb. 101. Einschmelzröhrchen für rauchende Säuren.

kleine dünnwandige Glaskugel, die in eine Kapillare endigt, her und bestimmt ihr Gewicht. Durch schwaches Erwärmen der Kugel über einer Flamme dehnt sich die darin befindliche Luft aus und entweicht teilweise, worauf das Ende der Kapillare in die einzuwägende Flüssigkeit eingetaucht wird. Die nun sich abkühlende Kugel füllt sich von selbst teilweise mit der Flüssigkeit, worauf das Kapillarende mit Filtrierpapier abgetrocknet und rasch in der Flamme zugeschmolzen wird. Die Differenz der Wägungen vor und nach dem Füllen ergibt die Einwaage.

Benutzte Literatur:

GRIMSEHL-TOMASCHEK: Lehrbuch der Physik. 1940.

KÖRNER: Lehrbuch der Physik. 1921.

BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

AUTENRIETH-ROJAHN: Quantitative chemische Analyse, 6. Aufl. 1939.

Druckschriften der Firma Sartoriuswerke, Göttingen.

9. Abmessen von Flüssigkeiten.

A. Volumen.

Unter Volumen bezeichnet man die Größe des von einem Körper eingenommenen Raumes.

Als Einheit des Volumens dient das Liter. Ein Liter ist das Volumen, das 1 kg chemisch reinen Wassers bei seiner größten Dichte, d. i. bei $+4^{\circ}\text{C}$ (Dichte = 1), einnimmt.

Daraus geht bereits die Temperaturabhängigkeit des Volumens hervor.

Soll man dieses Volumen in einem Gefäß, z. B. einem Maßkolben, festlegen, so hängt die anzubringende Marke von der Temperatur des Gefäßes ab, denn der Kolben nimmt infolge seiner Ausdehnung bei höherer Temperatur auch einen größeren Raum ein. Man muß daher für das Gefäß eine bestimmte Normaltemperatur wählen. Als solche gilt jetzt allgemein 20° .

Man steht also vor der undurchführbaren Aufgabe, Wasser von $+4^{\circ}$ in einem Gefäß von 20° in einem luftleeren Raum abzuwägen. Man kann aber unter Zuhilfenahme verschiedener Tabellen rechnerisch ermitteln, wieviel Gramm Wasser von $t^{\circ}\text{C}$ bei gleicher Temperatur t° in den noch nicht geeichten Kolben eingewogen werden müssen, damit der Kolbeninhalt gerade der oben gegebenen Definition des *wahren Liters* entspricht. (Näheres siehe im Abschnitt 30, Eichung von Meßgefäßen.)

Alle Meßgefäße sollen eine Bezeichnung über die Art ihrer Eichung tragen. So bedeutet z. B. $\frac{250 \text{ ccm}}{E + 20^\circ}$ oder $250 \text{ ccm} \frac{20^\circ}{-4^\circ}$, daß der Kolben bei der Normaltemperatur 20° genau 250 ccm Wasser von $+4^\circ$ enthält. Er ist also auf das wahre Liter geeicht.

Gelegentlich findet man noch alte analytische Meßgefäße, die auf das *MOHRsche Liter* geeicht sind. Unter letzterem versteht man das Volumen von 1 kg Wasser bei 15° , $17,5^\circ$ oder 20° in der Luft gewogen, je nachdem bei welcher Temperatur der Kolben geeicht wurde. Den Unterschied erkennt man am besten aus folgenden Zahlen: 1 *MOHRsches Liter*, gemessen mit Wasser von 15° , entspricht 1,0019, bei $17,5^\circ$ 1,0023 und bei 20° 1,0028 wahren Litern, es ist also um 1,9, 2,3 bzw. 2,8 ccm zu groß.

Die bei Eichungsangaben stehenden Buchstaben *A* oder *E* bedeuten, daß das Meßgefäß auf Ausguß (*A*) oder Einguß (*E*) geeicht ist.

Ein auf *Ausguß* geeichtes Gerät umschließt einen Raum, der das zu messende Volumen um soviel übertrifft, als erfahrungsgemäß nach dem Ausfluß infolge Hängenbleibens an der Glaswand zurückbleibt. Bei einem Ein-Liter-Maßzylinder, der auf Ausguß geeicht ist, entspricht also die ausgegossene Menge genau 1 l.

Ein Gefäß ist auf *Einguß* geeicht heißt, daß die auf dem Gefäß befindliche Marke genau das angegebene Volumen abgrenzt.

Zu betonen ist, daß alle Meßgeräte völlig sauber sein müssen, um einen fettfreien Ablauf zu erzielen; die Glaswand muß überall gleichmäßig benetzt werden.

Zur Reinigung dient auch hier Wasser, Alkohol, Chromschwefelsäure, Kaliumpermanganatlösung und darauffolgendes Nachspülen mit Salzsäure und Wasser. Das Trocknen geschieht entweder durch Hindurchsaugen eines kräftigen Luftstromes nach vorhergegangenem Ausspülen mit etwas reinem Alkohol oder Äther. Um das zeitraubende Trocknen zu vermeiden, kann man Meßgeräte mehrmals mit geringen Mengen der abzumessenden Lösung ausspülen (Spülflüssigkeit weggießen!).

Vom Liter abgeleitete Einheiten:

Hektoliter (1 hl)	= 100 l,
Deziliter	= 0,1 l,
Zentiliter	= 0,01 l.

Bei analytischen Arbeiten wird das Volumen nach Kubikzentimetern (oder Millilitern) gemessen, 1 l = 1000 ccm oder 1000 ml.

B. Meßgefäße und ihre Anwendung.

Zur Abmessung eines bestimmten Volumens dienen die Meßgefäße. Das genaue Abmessen von Flüssigkeiten nach ihrem Volumen ist besonders für die Titrier- oder Maßanalyse wichtig.

1. Tropfgefäße. Um kleine Mengen eines Stoffes tropfenweise in ein Gefäß zu bringen, verwendet man Tropfgefäße. Dies ist z. B. erforderlich bei der Zugabe des Indikators oder beim langsamen Eintropfen einer bestimmten Flüssigkeitsmenge in einer vorgeschriebenen Zeit.

a) **Tropfröhrchen.** Dieses besteht aus einem kurzen, zu einer Spitze ausgezogenen Glasröhrchen, das oben ein Stückchen Gummischlauch, welches durch ein kleines Glasstäbchen verschlossen ist, trägt. Durch vorheriges Zusammendrücken des Schlauches und Lösen des Druckes in der Flüssigkeit füllt sich das Röhrchen und kann nun durch vorsichtiges Zusammendrücken des Schlauches wieder entleert werden.



Abb. 102. Tropffläschchen.

b) **Tropffläschchen** (Abb. 102). Das beschriebene Tropfröhrchen wird mittels eines Gummistopfens auf ein kleines Glasfläschchen aufgesetzt. Eine andere Ausführung



Abb. 103. Tropffläschchen nach SCHUSTER.

besitzt eingeschlossene Glasstöpsel, die in ein zugespitztes Röhrchen endigen. Die Entnahme erfolgt durch Verschleiben der oberen Röhrchenöffnung mit dem Finger.

In Gebrauch sind ferner Tropffläschchen, bestehend aus normalen Glasfläschchen mit eingeschliffenem Stöpsel, die im inneren Hals von unten bis zur Mitte desselben und im Stöpsel von der Mitte bis nach oben einen Kanal besitzen. Ist die Stopfenstellung so, daß die Kanäle in einer Geraden liegen, so kann an dieser Stelle die Flüssigkeit tropfenweise austreten.

c) **Tropffläschchen nach SCHUSTER.** (Siehe Abb. 103.)

d) **Tropftrichter.** Tropftrichter bestehen aus einer Glasbirne, die durch einen eingeschliffenen Stöpsel verschlossen wird und unten in ein Rohr, das einen Glashahn besitzt, ausläuft. Zur Kontrolle der austropfenden Flüssigkeit wird ein sog. Tropfenzähler eingebaut (Abb. 104).

2. Maßzylinder (Mensuren). Maßzylinder gestatten nur eine rohe Abmessung. Um eine annähernde Genauigkeit zu erzielen,

muß man den Maßzylinder möglichst dem abzumessenden Volumen anpassen. (Für kleine Flüssigkeitsmengen keine großen Maßzylinder verwenden!) Geeicht sind die Maßzylinder fast stets auf Ausguß. Beim Ausgießen wird er langsam geneigt, und nachdem der zusammenhängende Ausfluß aufgehört hat, wird nach einer Wartezeit von 30 Sekunden die Mündung (Schnäuzel) an der Gefäßwand abgestrichen. Die Maßzylinder sind je nach ihrer Größe mit einer ccm-Teilung oder Zehntel-ccm-Teilung versehen, bzw. tragen die größeren eine Teilung zu je 5 oder 10 ccm (Abb. 105). Bei der Ablesung des Volumens muß das Meßgefäß stets senkrecht gehalten werden, um Ablesefehler zu vermeiden.

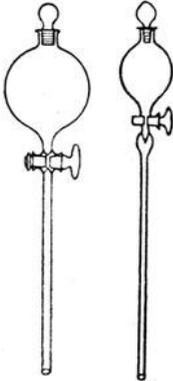


Abb. 104.
Tropftrichter.

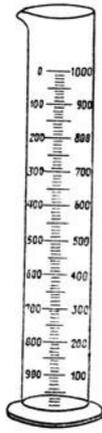


Abb. 105.
Maßzylinder.



Abb. 106.
Mensur.

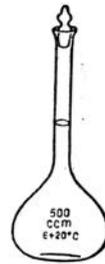


Abb. 107.
Maßkolben.

Für ganz rohe Abmessungen im Chemiebetriebe findet man des öfteren Messuren, die die Form eines Kegelstumpfes besitzen (Abb. 106).

3. Maßkolben. Maßkolben sind enghalsige Standkolben mit eingeschliffenem Stöpsel und einer Marke und werden in Größen von 50, 100, 200, 250, 300, 500, 1000 und 2000 ccm hergestellt. Sie dienen in der Hauptsache zur Herstellung von Titrierflüssigkeiten und zur Verdünnung beliebiger Flüssigkeitsmengen auf ein bestimmtes Volumen (Abb. 107). Die Abgrenzung des Volumens erfolgt durch eine um den ganzen Hals gezogene Marke.

Um die Ablesung möglichst genau zu gestalten, sind ganz bestimmte Halsweiten vorgeschrieben, z. B. für 100-ccm-Kolben 15 mm, für 250-ccm-Kolben 18 mm, für 500-ccm-Kolben 20 mm und für Literkolben 22 mm.

Maßkolben sind fast immer auf Einguß geeicht.

Die in dem Kolben befindliche Flüssigkeit schneidet nicht mit dem Rand oder der bezeichneten Marke genau ab, sondern die Oberfläche bildet einen nach unten konvexen Meniskus. Alle

Einstellungen und Ablesungen geschehen am tiefsten Punkt des Meniskus.

Maßkolben dürfen niemals erhitzt werden, weil sich ihr Inhalt dabei verändert und beim Abkühlen nur sehr langsam auf den ursprünglichen Wert zurückgeht. Ist beim Lösen einer Substanz Erhitzen erforderlich, stellt man die Lösung in einem beliebigen anderen Kolben her, läßt sie abkühlen und spült sie erst dann in den Maßkolben.

Die Füllung eines Maßkolbens wird so vorgenommen, daß man die Flüssigkeit bis in die Nähe der Marke eingießt und die letzten Tropfen mittels einer Spritzflasche vorsichtig zutropft. Der gut verschlossene Maßkolben wird nun durch öfteres Umkippen (wobei der Stöpsel festgehalten werden muß) und Rollen in der Hand bewegt, um den Inhalt vollkommen gleichmäßig zu vermischen.

Nach der Entnahme von Flüssigkeit muß mit dem Stöpsel, den man tunlichst immer in der Hand behalten soll, sofort wieder verschlossen werden.

4. Pipetten. Pipetten sind gläserne Saugrohre von bestimmtem, durch eine oder zwei Marken begrenztem Rauminhalt. Sie bestehen aus einem Glasrohr mit einer zylindrischen Erweiterung in der Mitte. Das untere Ende ist zu einer Spitze mit zirka 0,5 bis 1 mm Öffnung ausgezogen. Die kreisförmige Eichmarke befindet sich am oberen (und eventuell unteren) engen Hals. Außer diesen so gestalteten Vollpipetten gibt es noch Meßpipetten, die einzelne Kubikzentimeter und Bruchteile davon abzumessen gestatten.

a) **Vollpipetten.** Sie dienen zur Abmessung eines ganz bestimmten, auf der Pipette verzeichneten Volumens. Sie werden in verschiedenen Größen, für 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 und 100 ccm Inhalt hergestellt. Die Eichmarke muß mindestens 1 cm oberhalb der zylindrischen Erweiterung und zirka 10 bis 12 cm unter dem oberen Ende der Pipetten liegen (Abb. 108). Sie sind auf Ausfluß geeicht.

Handhabung: Die Pipette wird mit der Spitze ziemlich tief in die Flüssigkeit eingetaucht. Dann saugt man mit dem Munde langsam am oberen Ende, wobei darauf zu achten ist, daß kein Speichel in die Pipette gelangt. Die Flüssigkeit wird zunächst bis über die Eichmarke angesogen, dann wird das obere Ende rasch mit dem (schwach feuchten) Zeigefinger verschlossen und durch vorsichtiges Lüften des Fingers der Meniskus der Flüssigkeit in der Pipette so lange gesenkt, bis er die Eichmarke berührt. Bei der



Abb. 108.
Vollpipette.

Füllung einer feuchten Pipette verfährt man so, daß man etwas Flüssigkeit ansaugt, rasch verschließt (damit nichts in das Gefäß zurückfließen kann) und nun die Pipette fast waagrecht hält und dreht, so daß sie innen von der Flüssigkeit gespült wird. Dies wird zweibis dreimal wiederholt, wobei die Entleerung stets in den Ausguß erfolgen muß. Dann erst wird die eigentliche Füllung vorgenommen.

Schädliche Stoffe, z. B. Säuren und Laugen, werden so eingesaugt, daß man das obere Ende der Pipette durch einen Gummischlauch verlängert, um dadurch ein Einsaugen von Flüssigkeit in den Mund zu verhindern.

Bei Flüssigkeiten, die giftige und ätzende Dämpfe abgeben, geschieht das Ansaugen mittels Vakuum (Anschluß an eine Wasserstrahlpumpe unter Zwischenschaltung einer WULFFSchen Flasche, um ein Einsaugen von Flüssigkeit in die Vakuumleitung zu vermeiden).

Lösungen von leicht flüchtigen Gasen (Ammoniak) werden in die Pipette hineingedrückt. Betätigung durch ein Gummiballhandgebläse (Abb. 109).

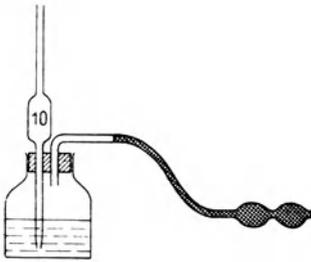


Abb. 109. Füllung der Pipette durch Eindrücken.



Abb. 110. Pipettenstellvorrichtung.



Abb. 111. Meßpipette.

Das *Entleeren* der Pipette kann in verschiedener Weise vorgenommen werden.

1. Am besten und genauesten durch Auslaufen an der Wand, d. h. die Pipette wird senkrecht über das Aufnahmegefäß gehalten und die Auslaufspitze dauernd an dessen Wandung angelegt. Nachdem sich die Pipette entleert hat, wird nach einer Wartezeit von 15 bis 20 Sekunden ihre Spitze an der Glaswand abgestrichen.

2. Durch Abstreichen, d. h. man läßt die Pipette in senkrechter Richtung auslaufen, ohne die Wandung des Aufnahmegefäßes zu berühren, und streicht nach beendetem Ausfluß die Spitze am

Glas ab, und zwar wenn keine Wartezeit auf der Pipette vermerkt ist, nach 15 Sekunden.

3. Eine Pipette soll nicht durch Ausblasen entleert werden.

Man mache es sich zur Regel, die Pipette so zu entleeren, wie sie bei ihrer Eichung entleert wurde.

Hat die Pipette zwei Marken, dann muß beim Entleeren auf die zweite Marke eingestellt werden. Im übrigen wird in bezug auf Wartezeit und Abstreichen genau so verfahren, wie früher beschrieben.

Pipetten sollen stets hängend, nicht liegend aufbewahrt werden und oben durch ein Papierhütchen vor dem Hineinfallen von Staub geschützt sein. Zum Aufbewahren dienen Pipettengestelle aus Holz oder Metall in verschiedener Ausführung, z. B. bestehend aus zwei mit Löchern versehenen und übereinander angeordneten Scheiben (Abb. 110).

b) Meßpipetten. Meßpipetten sind zylindrische, mit Zehntel-ccm-Teilung versehene Glasröhren, die innerhalb gewisser Grenzen, z. B. 10 ccm, beliebige Flüssigkeitsmengen abzumessen gestatten. Sie werden hauptsächlich dann verwendet, wenn es sich um die Abmessung kleiner, gebrochener ccm-Zahlen handelt. Die Handhabung ist die gleiche wie bei der Vollpipette. (Abb. 111.)

5. Büretten. Büretten sind Meßpipetten, die an ihrem unteren Ende einen regulierbaren Ablauf besitzen. Es sind lange, zylindrische, in ccm, bzw. Zehntel-ccm eingeteilte Glasröhren, die auf Ausfluß geeicht sind.

Der *Verschuß* wird gebildet a) durch ein Stück Gummischlauch mit einem in eine Spitze auslaufenden gläsernen Ausflußröhrchen. Die Schlauchverbindung, welche möglichst kurz und starkwandig sein soll, um ein zu rasches Zurückgehen der Elastizität zu vermeiden, enthält einen Quetschhahn oder Glaskugelschluß. b) Durch einen Glashahn, der sowohl in horizontaler als auch durch Abbiegen des Bürettenendes um 90° in vertikaler Stellung angebracht sein kann (Abb. 112).

Zum Gebrauch wird die Bürette in senkrechter Stellung in ein Stativ mit Hilfe von Bürettenklammern oder in ein hölzernes Titriergestell eingespannt und mittels eines trockenen Trichterchens derart mit der Flüssigkeit gefüllt, daß ihr Meniskus auf die Marke Null, die sich oben befindet, eingestellt ist (etwas über die Nullmarke anfüllen und dann tropfenweise bis zur Marke ablassen).

Dabei ist besonders darauf zu achten, daß sich im Glasrohr unterhalb des Verschlusses keine Luftblasen ansammeln. Dies wird bei Glashahnbüretten so verhindert, daß man den Ablaufhahn der gefüllten Bürette einige Male ruckweise öffnet, um die

Luftblasen mitzureißen, und bei Büretten mit Gummischlauchverschluß derart, daß man die Glasspitze nach aufwärts biegt und dabei Flüssigkeit auslaufen läßt.

Soll eine feuchte Bürette gefüllt werden, muß man diese zwei- bis dreimal mit der abzumessenden Flüssigkeit ausspülen.

Büretten läßt man frei auslaufen und streicht einen eventuell anhaftenden Tropfen mit einem Glasstab oder mit der Wand des Aufnahmegefäßes ab. In jedem Falle hat ein Abspülen der Gefäßwandung zu erfolgen.

Die endgültige Ablesung des Flüssigkeitsstandes kann erst nach $\frac{1}{2}$ bis 1 Minute erfolgen, wenn das Nachrinnen der an der Bürettenwandung anhaftenden Flüssigkeit beendet ist.

Um ein Verdunsten und Verstauben der Lösung zu vermeiden, stülpt man über die Bürette ein kurzes Reagenzglas.

Die untere Öffnung einer Bürette soll so eng sein, daß sich bei vollgeöffnetem Hahn eine normale 50-cm-Bürette in zirka 80 Sekunden entleert.

Abgelesen wird bei hellen Flüssigkeiten stets der untere Rand des Meniskus, bei dunklen der obere Rand, da dieser dann besser zu erkennen ist. Um Fehler bei der Ablesung zu vermeiden, muß die Bürette genau senkrecht stehen und die Augen müssen sich in der gleichen Höhe mit dem Meniskus befinden.

Da die ccm-Teilung bei den Büretten nur einen kurzen Teil des Umfanges des Rohres einnimmt, sind zur sicheren *Ablesung* bestimmte Hilfsmittel erforderlich.

a) Schwimmer (Abb. 113).

Auf der kleinen Schwimmerkugel, die auf der Flüssigkeit schwimmt, ist ein Kreis eingeritzt, der bei richtiger Ablesung als Gerade erscheint und sich mit dem Nullstrich decken muß. Bei dunklen Flüssigkeiten wendet man einen Doppelschwimmer

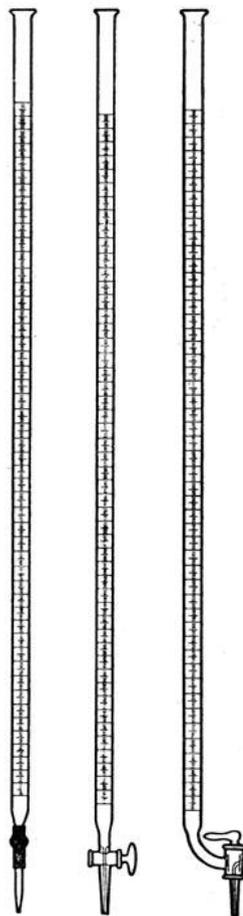


Abb. 112. Büretten.

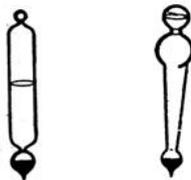


Abb. 113. Bürettenschwimmer.

an, bei dem der Kreis auf der oberen Kugel eingätzt ist. Die Schwimmermethode ist nicht zu empfehlen, da sie mit Fehlern behaftet ist.

b) SCHELLBACH-Streifen (Abb. 114).

Die Bürette ist auf ihrer Rückwand mit einem schmalen, dunklen (blauen) Streifen auf Milchglashintergrund versehen. Bei richtiger Ablesung muß dieser Streifen (d. h. die Spiegelbilder, die von ihm durch die obere und untere Meniskusfläche entworfen werden) zwei Spitzen (p) bilden.

c) Ablösungsblatt von FRESSENIUS (Abb. 115).

Es besteht aus einem Stückchen Kartonpapier, das durch einen glatten Trennungsstrich in eine obere weiße und eine untere schwarze Hälfte geteilt ist. Befestigt wird es an der Bürette mit Hilfe einer Holzklammer oder Überstecken mittels zweier Ein-

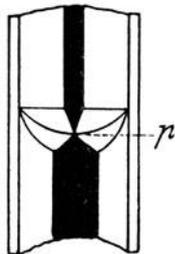


Abb. 114. SCHELLBACH-Streifen.

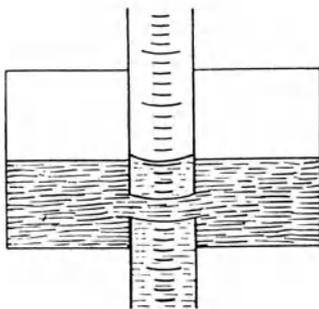


Abb. 115. Ablösungsblatt.

schnitte über die Bürette. Man bringt die schwarz-weiße Grenzlinie ein wenig unterhalb des abzulesenden Meniskus und vermeidet dadurch alle störenden Lichtreflexe.

Schon das Dahinterhalten von weißem Papier erleichtert die Ablesung.

d) Visierblende (Abb. 116).

Diese besteht aus einem mattgeschwärtzten hölzernen Reagenzglashalter, an dem man hinter der Bürette noch einen Streifen geöltes Papier befestigt.

e) Von der Normaleichungskommission sind Büretten vorgeschrieben, die die Teilung mindestens über den halben Rohrumfang zeigen, so daß sich bei der Ablesung der rückwärtige und vordere Teil zu einer Geraden decken.

Füllvorrichtungen für Büretten. Für Flüssigkeiten, z. B. Laugen, die durch die Einwirkung der Luft Veränderungen erleiden, verwendet man vorteilhaft Füllvorrichtungen, welche eine Berührung der Flüssigkeit mit der Luft weitgehend ausschließen.

Die Flüssigkeit befindet sich in einer Vorratsflasche, die mit der Bürette unter Zwischenschaltung eines Hahnes in Verbindung steht. Natronkalkröhrchen schützen vor der Einwirkung der Außenluft (Abb. 117).

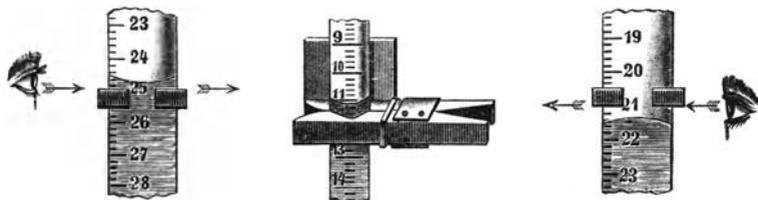


Abb. 116. Visierblende.

Eine große Anzahl von Füllvorrichtungen betrifft die automatische Einstellung auf die Nullmarke. Man unterscheidet dabei Büretten mit ÜberlaufEinstellung (Abb. 118) und Büretten mit RücklaufEinstellung (Abb. 119).

Bei den automatisch zu füllenden Büretten muß, wie bei allen anderen, die Vorratsflüssigkeit einmal täglich umgeschüttelt werden, da sich im oberen Teil der Flasche kondensiertes Wasser in Form von Tropfen angesetzt hat. Bei Flüssigkeiten, die einen Bodensatz abscheiden (z. B. Braunstein in

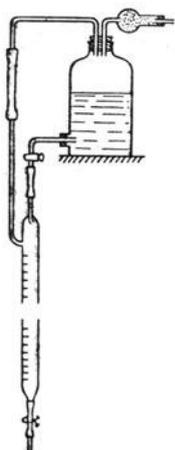


Abb. 117. Automatische Bürettenfüllung.



Abb. 118. Bürette mit ÜberlaufEinstellung.

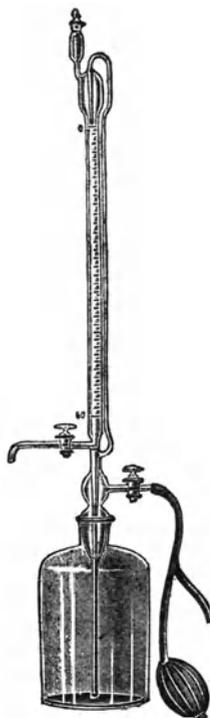


Abb. 119. Bürette mit RücklaufEinstellung.

Kaliumpermanganatlösung), darf, damit dieser nicht aufgewirbelt wird, nur vorsichtig geneigt werden.

Mikrobüretten sind bei einem kleineren Rauminhalt in Hundertstel-ccm geteilt.

6. Titrieren. Titrieren heißt, die unbekannte Menge eines gelösten Stoffes dadurch ermitteln, daß man ihn quantitativ von einem chemisch genau bekannten Anfangszustand in einen ebenso bekannten Endzustand überführt, und zwar durch Zugabe einer Reagenzlösung, deren Wirkungswert genau bekannt ist und deren Volumen mit Hilfe von Büretten genau gemessen wird.

Als Ort für die Titration wähle man einen Platz in Fensternähe, da gute Beleuchtung eine der wichtigsten Voraussetzungen ist.

Das Titriergefäß stellt man auf eine reine, weiße Unterlage, die bedeutend größer sein muß als das Gefäß (Porzellanplatte oder weißes Papier). In manchen Fällen erfolgt die Titration in einer weißen Porzellanschale, ansonst verwendet man ERLENMEYER- oder kurzalsige Titrierkolben und Bechergläser.

Während des Titrierens und besonders gegen das Ende muß die Flüssigkeit dauernd bewegt werden (Umschwenken oder Rühren). Zum Schluß muß die Wandung des Titriergefäßes nochmals sorgfältig abgespült werden.

a) Einige wichtige Titrierregeln. 1. Man arbeite mit möglichst starken Normallösungen, also $n/1$, $n/2$ oder $n/5$, und vermeide unnötiges Verdünnen der vorgelegten Lösung.

2. Wichtig ist die richtige Wahl des Indikators. Für schwache Säuren verwende man Phenolphthalein, sonst Methylorange oder Methylrot.

Alkohol beeinträchtigt die Empfindlichkeit des Indikators, deshalb sind größere Mengen desselben (z. B. zur Lösung des Indikators) zu vermeiden, oder es ist ein Blindversuch auszuführen.

Bei stark gefärbten Flüssigkeiten verwendet man Reagenzpapiere.

3. Man verwende bei der Titration stets die geringstmögliche Menge an Indikator (tropfenweise).

4. In Büretten mit $n/10$ -Salzsäure bleiben oft nach kurzem Gebrauch kleine Tropfen hängen. Durch Zusatz geringer Mengen Nekal oder Saponin zur Maßflüssigkeit läßt sich dieser Übelstand abstellen.

5. Man fülle die Büretten vor jeder neuen Titration stets auf die Nullmarke.

6. Nichtgebrauchte Titrierflüssigkeit soll nie in die Vorratsflasche zurückgegossen werden.

7. Stehen zur Titration Lösungen zur Verfügung, die keine genaue Normalität besitzen, stellt man dieselben entweder durch Zugabe der berechneten Menge des betreffenden Stoffes bzw. Wasser nachträglich genau ein oder, wenn man dies umgehen will, errechnet man sich den „Faktor“, mit dem nach jeder Titration die verbrauchten Kubikzentimeter multipliziert werden müssen, um die genaue Anzahl der Kubikzentimeter zu erhalten, die einer Normallösung entsprechen.

Z. B. 24 ccm einer ungefähr normalen Säure würden 25 ccm genau n/l-Lauge verbrauchen. Die Säure ist also etwas stärker als n/l. Der Faktor errechnet sich durch eine einfache Division: $25 : 24 = 1,0417$.

8. Alle Titrierlösungen sind vor Gebrauch auf ihre Richtigkeit zu prüfen, besonders wenn sie längere Zeit unbenutzt geblieben sind. Umschwenken der Lösung in der Vorratsflasche.

9. Die Einwaagen wähle man so, daß man zirka 30 bis 40 ccm Titrierflüssigkeit verbraucht. Bei kleinerem Verbrauch vergrößert sich der Fehler, bei größerem Verbrauch als 50 ccm ergeben sich Fehler durch die zweimalige Füllung der Bürette.

b) Titrierfehler. 1. Methodische Fehler, und zwar Kalibrierungsfehler (Ungenauigkeit der Bürette), Ablesefehler, Nachlauffehler, Temperaturfehler (Abweichung von der Normaltemperatur).

Diese Fehler lassen sich bei sorgfältigem Arbeiten fast gänzlich vermeiden.

2. Chemische Fehler. Diese können in vielen Fällen durch Anbringung einer Korrektur verkleinert werden.

Dazu gehören: Tropfenfehler, die um so größer sind, je konzentrierter die Titrierlösung ist. Sie kommen dadurch zustande, daß man einen Tropfen Maßflüssigkeit zuviel zugeben muß, um den Umschlagpunkt zu erkennen.

Indikatorfehler, die dadurch zustande kommen, daß der Umschlagpunkt des Indikators nicht genau dem Neutralpunkt entspricht. Daher erhält man bei Anwendung verschiedener Indikatoren verschiedene Werte.

Ein anschauliches Beispiel gibt die Verwendung der Reagenzpapiere Lackmus und Kongorot. Eine Lösung, die gegen ersteres bereits schwach sauer reagiert, zeigt auf Kongorotpapier noch keine Säure an.

c) Indikatoren. Die Stärke des sauren bzw. alkalischen Charakters einer Lösung wird durch ihren p_H -Wert ausgedrückt, der sich aus der Konzentration der Lösung an Wasserstoffionen errechnet. Der p_H -Wert bewegt sich in den Grenzen zwischen 0 und 14, und ist um so kleiner, je saurer die Lösung ist; 7 ist der Neutralpunkt, und von 7 bis 14 zunehmend erstreckt sich das alkalische Bereich.

Zur Bestimmung des p_H -Wertes einer Lösung stehen hauptsächlich zwei Wege zur Verfügung, und zwar 1. die elektrometrische Messung von Potentialen mittels geeigneter Elektroden und 2. die colorimetrische Messung mit Hilfe von Indikatoren (siehe S. 253).

Indikatoren sind meistens Farbstoffe, und zwar fast ausschließlich schwache Säuren, die durch Zugabe von Alkali ihre Farbe ändern. Ist also bei der Neutralisation einer Lösung ein bestimmter p_H -Wert erreicht, tritt Farbumschlag des zugesetzten Indikators ein. Dieser Wert liegt beispielsweise für Methylorange bei 3,1 bis 4,4 (das ist bereits in schwach saurer Lösung), für Phenolphthalein zwischen 8,2 und 9,8, also in schwach alkalischer Lösung.

1. *Methylorange*. 0,02 g festes Methylorange werden in 100 ccm heißem destilliertem Wasser gelöst und nach dem Erkalten filtriert. Methylorange wird durch Säuren rot, durch Alkali gelb. Der Übergang ist (besonders in der Hitze) unscharf, man titriert auf die sog. „Zwiebelfarbe“. Vom chemischen Standpunkt aus wäre es richtiger, bei Anwendung dieses Indikators eine saure Lösung mit Alkali zu titrieren, da aber der Umschlag von Gelb in Rot leichter wahrgenommen werden kann, wird meist so gearbeitet, daß man die Titration mit Säure beendet.

Anwendung: zur Titration von Salzsäure, Salpetersäure, Schwefelsäure, Natronlauge, Kalilauge, Ammoniak.

2. *Methylrot*. Man löst 0,02 g in 100 ccm heißem Wasser, läßt erkalten und filtriert oder bereitet sich eine alkoholische Lösung. Für je 100 ccm der zu titrierenden Flüssigkeit verwende man 2 bis 3 Tropfen Indikatorlösung. Der Umschlag ist sehr scharf, von schwach Gelb (alkalisch) in Violetrot (sauer). Anwendung wie unter 1, besonders geeignet für Ammoniak.

3. *Lackmus*. Lackmus kommt in kleinen Würfeln, gemengt mit viel Calciumcarbonat oder Gips, in den Handel. Zum Zwecke der Reinigung übergießt man die zerkleinerten Würfel in einer Porzellanschale mit 85%igem Alkohol, den man einige Zeit auf dem Wasserbad unter Rühren einwirken läßt. Dann wird die Lösung abgossen und der Rückstand mit heißem Wasser ausgezogen, das Ganze mehrere Tage stehengelassen, so daß sich die unlöslichen Bestandteile zu Boden setzen. Die klare überstehende Lösung wird abgehoben, auf ein Drittel des Volumens eingedampft und mit Essigsäure übersättigt. Hierauf wird bis zur Sirupdicke eingedampft und mit einer größeren Menge 90%igen Alkohols übergossen. Man filtriert, wäscht mit Alkohol und löst den Rückstand in soviel warmem Wasser, daß 3 Tropfen der Lösung genügen, um 50 ccm Wasser deutlich zu färben.

Die Lösung muß in Flaschen mit Baumwollstopfen aufbewahrt werden, da sie in verschlossenen Flaschen bald zu schimmeln beginnt und unbrauchbar wird.

Farbumschlag: von Rot (sauer) in Blau (alkalisch), Zwischenfarbe Violett.

Anwendung: für organische und starke anorganische Säuren, Laugen und Ammoniak sowie Carbonate in der Hitze.

4. *Phenolphthalein*. 1 g reines Phenolphthalein wird in 100 ccm 96%igem Alkohol gelöst.

Umschlag: von Farblos (sauer) in Rot (alkalisch).

Anwendung: für organische und anorganische Säuren und starke Laugen, nicht aber für Ammoniak.

5. Im Gegensatz zu diesen Indikatoren, die die Messung eines einzigen kleinen p_{H} -Bereiches gestatten (meist soll mit ihrer Hilfe nur festgestellt werden, ob eine Lösung sauer oder alkalisch reagiert, welchen Zweck sie voll und ganz erfüllen), eignet sich der „*Universalindikator Merck*“ zur Messung eines p_{H} -Bereiches von 4 bis 9, indem er von Rot über Orange, Gelb, Grün nach Blau umschlägt. Die Färbung wird mit einer von der Lieferfirma beigegebenen Farbskala verglichen, die sämtliche Zwischentöne im Abstand von je 0,5 p_{H} enthält.

Die Ausführung der Messung geschieht am besten in der Vertiefung einer Porzellanplatte unter Zugabe von 2 Tropfen Indikator zu der zu prüfenden Flüssigkeit.

6. In der Jodometrie wird als Hilfsmittel für die Erkennung des Endpunktes *Stärke*lösung verwendet.

5 g (lösliche) Stärke werden mit wenig kaltem Wasser zu einem Brei verrieben und unter Rühren zu 1 l kochendem Wasser gegossen. Dann wird noch 1 bis 2 Minuten gekocht, bis eine klare Lösung entstanden ist und ziemlich rasch abgekühlt. Stärkelösung wird durch Jod blau gefärbt.

d) Reagenzpapiere. Bei einem größeren Verbrauch an Reagenzpapier stellt man sich dieses im Laboratorium selbst her. Zu diesem Zwecke werden größere Streifen von Filtrierpapier geschnitten, die mit der betreffenden Lösung getränkt und dann durch Aufhängen über eine Schnur an der Luft getrocknet werden.

Je weniger ausgesprochen die Färbung des Papiers, desto empfindlicher ist es.

1. *Lackmuspapier*. 4 bis 5 g des gereinigten Lackmusfarbstoffes werden in 1 l Wasser gelöst und einige Tropfen Essigsäure (oder verd. Salzsäure) zugesetzt, um rotes Lackmuspapier zu erhalten. Durch Zugabe einiger Tropfen Ammoniak erhält man blaues Lackmuspapier.

2. *Kongorotpapier*. 0,5 bis 1 g Kongorot werden in 1 l Wasser gelöst und 5 Tropfen Essigsäure zugesetzt. Es wird durch Mineralsäuren rein blau, durch starke organische Säuren violett.

3. *Phenolphthaleinpapier*. 1 g Phenolphthalein wird in 1 l heißem Wasser gelöst. Es wird durch Alkalien rot gefärbt, ebenso durch Ammoniak und Soda, reagiert aber nicht gegen Bicarbonat.

4. *Universalindikatorpapier Merck* (gelbfarbige Streifen). Durch

die verschiedenen Tönungen von Rot, Grün oder Blau kann durch Vergleich mit einer beigegeführten Farbtafel das gesamte p_H -Gebiet von 1 bis 10 gemessen werden.

5. *Jodkalistärkepapier*. Jodkalistärkepapier ist ein Reagens auf salpetrige Säure und Oxydationsmittel (z. B. Chlor). Es färbt sich durch Betupfen mit wenig Oxydationsmittel blauviolett, bzw. bei stärkerer Einwirkung braun. Man soll es betupfen, nicht bestreichen.

10 g reine Stärke werden mit wenig Wasser verrieben und unter gutem Rühren mit 1 l heißem Wasser übergossen. Nach dem Erkalten mischt man eine Lösung von 1,5 g Jodkali zu. Ein so vorbereitetes Papier zeigt mit einer Salzsäure von 1% einen Tropfen n/1-Natriumnitritlösung im Liter noch deutlich an.

6. *Bleipapier*. Dieses wird als Reagens auf Schwefelwasserstoff verwendet.

Man tränkt Filtrierpapier mit einer Lösung von 5 g Bleinitrat oder 10g Bleiacetat im Liter und trocknet in schwefelwasserstofffreier Luft.

7. **Umfüllen von Flüssigkeiten.** Flüssigkeiten werden im allgemeinen durch vorsichtiges *Umgießen* aus einem Gefäß in das andere umgefüllt. Bei ätzend wirkenden Flüssigkeiten (Säuren und Laugen) ist während des Umgießens eine Schutzbrille zu verwenden, da ein Verspritzen der Flüssigkeit eintreten kann.

Als Hilfsmittel verwende man einen großen, kurzen, aber weithalsigen Trichter.

Das Entleeren der in Eisenkörbe mit Stroh eingebetteten Glasballons wird im allgemeinen mit Hilfe von „Ballonkippern“ bewerkstelligt.

Das Eingießen kleinerer Mengen in ein Gefäß geschieht am besten durch Herablaufenlassen an einem Glasstab (Abb. 120). Das Ausgießen aus Bechergläsern wird, um ein Hängenbleiben und Herabfließen von Flüssigkeit am Rand zu verhindern, so durchgeführt, daß man die Ausgußstelle vorher etwas einfettet (oft genügt das Überstreichen dieser Stelle mit dem Finger; Wirkung des Hautfettes).



Abb. 120. Eingießen entlang eines Glasstabes.

Aus größeren Gefäßen oder dann, wenn ein in der Flüssigkeit befindlicher Schlamm nicht aufgewirbelt werden soll, geschieht das Abfüllen mittels eines Winkelhebers.

Beim *einfachen Heber* sind beide Schenkel nach unten geöffnet. Um den Nachteil der stark saugenden Wirkung zu mildern, wird das in die Flüssigkeit eintauchende kürzere Ende ein wenig nach oben umgebogen.

Der Winkelheber muß vor dem Gebrauch durch Ansaugen oder Eingießen von Flüssigkeit vollständig mit dieser gefüllt sein und dann ohne Flüssigkeitsauslauf (Verschließen mit dem Finger) rasch in das zu entleerende Gefäß gebracht werden. Das zu füllende Gefäß muß naturgemäß tiefer stehen als das zu entleerende. Maßgebend für das Ausfließen ist die Höhendifferenz $H - h$ (Abb. 121).

Wirkungsweise: Ein Abfließen der Flüssigkeit von der oberen Kuppe K nach beiden Seiten ist deshalb unmöglich, weil dadurch ein luftleerer Raum entstünde, dessen Bildung aber der äußere Luftdruck verhindert. Das Gewicht der im äußeren, längeren Schenkel befindlichen Flüssigkeitssäule ist größer als das Gewicht der im kürzeren Schenkel befindlichen. Der Gewichtsunterschied in den

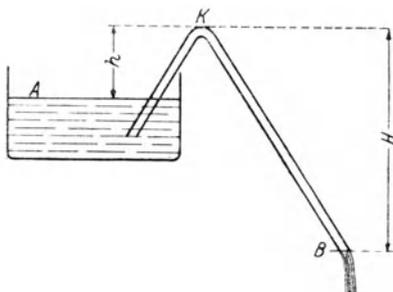


Abb. 121. Winkelheber.

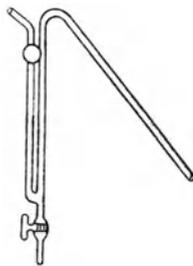


Abb. 122. Giftheber.

beiden Schenkeln des Hebers treibt die Flüssigkeit nach außen. Daher kann der Heber nur solange fließen, so lange die äußere Öffnung B tiefer liegt als der Spiegel A der Flüssigkeit im oberen Gefäß.

Für ätzende und giftige Flüssigkeiten benutzt man entweder den *Giftheber* oder man füllt den Winkelheber nicht durch Ansaugen, sondern durch Eindrücken der Flüssigkeit.

Der Giftheber (Abb. 122) besitzt ein langes Abzweigungsrohr, das über eine Sicherheitskugel in ein Mundstück endigt und ein ungefährliches Ansaugen der Flüssigkeit gestattet. Das Ansaugen („Anhebern“), d. i. das Füllen des Hebers mit der Flüssigkeit, kann hier auch durch kurzes Anschließen an eine Vakuumpumpe bewerkstelligt werden.

Die Entnahme gefährlicher Flüssigkeiten aus Ballons und größeren Gefäßen wird ebenfalls mit Hilfe eines Winkelhebers ausgeführt, wobei

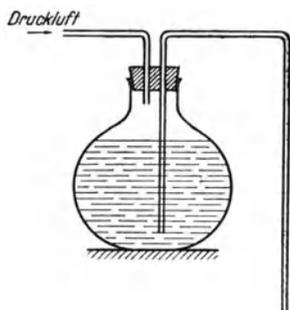


Abb. 123. Anhebern mittels Druckluft.

jedoch das „Anhebern“ mittels Druckluft geschieht (Prinzip der Spritzflasche). Die Verbindung mit der Druckluft wird naturgemäß nur so lange aufrecht erhalten, bis der Heber in Tätigkeit getreten ist (Abb. 123).

8. **Schüttgewicht.** Von Wichtigkeit ist in manchen Fällen die Kenntnis des Schüttgewichtes eines festen Stoffes, um jederzeit berechnen zu können, welchen Raum eine bestimmte Menge dieses Stoffes beim Lagern benötigt. Das Schüttgewicht wird bestimmt, indem man den betreffenden Stoff in einen Meßkasten bekannten Rauminhalts schüttet und das Gewicht der eingeschütteten Menge feststellt. Bei nicht zu grobstückigem Material nimmt man dazu ein Glasgefäß (Maßzylinder, Becherglas), dessen Inhalt bekannt ist oder durch Auswägen mit Wasser bestimmt wurde.

Immer ist das Schüttgewicht so zu bestimmen, wie es die Praxis nachher verlangt. Wird also der Stoff z. B. in Fässer eingerüttelt, so muß auch bei der Bestimmung im Laboratorium gerüttelt werden.

Beispiel:

1 cbm trockener Sand	wiegt	zirka	1330 kg
1 „ Fichtenholz	„	„	320 „
1 „ Steinsalz	„	„	1300 „

9. Einige wichtige Formeln für die Volumensberechnung.

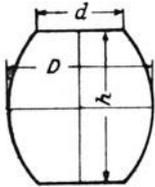


Abb. 124. Berechnung des Faßinhaltes.

Rechteckiges Prisma: Vol. = Grundfläche \times Höhe; Grundfläche = Länge \times Breite.

Zylinder: Vol. = Grundfläche \times Höhe; Grundfläche ist ein Kreis, also = $r^2 \cdot \pi$.

Kugel: Vol. = $\frac{4}{3} r^3 \pi$; $\pi = 3,14$, r = Halbmesser.

Faß (Abb. 124): Vol. = $\frac{1}{12} [\pi h (2 D^2 + d^2)]$.

Benutzte Literatur:

GRIMSEHL-TOMASCHEK: Lehrbuch der Physik. 1940.

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

JANDER-JAHR: Maßanalyse (Sammlung GÖSCHE). 1935.

TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1941.

BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.

BECKURTS: Die Methoden der Maßanalyse, 2. Aufl. 1931.

FIERZ-DAVID: Grundlegende Operationen der Farbenchemie, 4. Aufl. 1938.

Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

MERCK: Die Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration mit Indikatoren, 4. Aufl. 1940.

10. Lösen.

1. Löslichkeit. Eine *Lösung* besteht aus dem Lösungsmittel und dem darin gelösten Stoff.

Von einer Lösung kann man aber nur dann sprechen, wenn zwischen dem Lösungsmittel und dem gelösten Stoff keine tiefer greifende chemische Umsetzung stattfindet. Wenn also z. B. Kohlendioxyd in Kalilauge eingeleitet wird, so wird das Kohlendioxyd „verschluckt“, es findet dabei sowohl ein chemischer Prozeß als auch ein Lösungsvorgang statt. Von Lösen darf man aber keinesfalls sprechen, wenn eine Säure auf ein Metall einwirkt, denn hier handelt es sich in erster Linie um einen chemischen Vorgang.

Eine Lösung entsteht beispielsweise bei der Zugabe von wenig Kochsalz zu Wasser, dabei verschwindet dasselbe vollkommen, es hat sich gelöst.

Schüttelt man dagegen eine Mischung von Öl und Wasser kräftig durch, so entsteht eine milchigtrübe Flüssigkeit, in der man mit bloßem Auge die einzelnen kleinen Öltröpfchen nicht mehr erkennen kann, jedoch bei der Betrachtung unter dem Mikroskop deutlich ein Nebeneinander von Öl und Wasser unterscheidet. Bleibt bei einem solchen Gemisch die Trübung längere Zeit bestehen, ohne daß eine selbsttätige Entmischung eintritt, spricht man von einer *Emulsion* (z. B. Milch).

Gelingt es, in einer Flüssigkeit einen darin unlöslichen festen Stoff so fein zu verteilen, daß er sich nicht zu Boden setzt, sondern in der Flüssigkeit schwebend erhalten bleibt, die Flüssigkeit dabei aber vollkommen durchsichtig, also wie eine Lösung erscheint, so spricht man von einer *kolloidalen Lösung*.

Gibt man in ein Glas mit Wasser gepulverten Schwefel und schüttelt das Ganze durch, so setzt sich nach einiger Zeit der Schwefel wieder vollständig zu Boden. Schwefel ist somit in Wasser *unlöslich*.

Schüttelt man Wasser mit beliebigen Mengen Alkohol, tritt jedesmal Mischung ein, gleichgültig, in welchem Verhältnis die beiden Flüssigkeiten angewendet wurden. Sie sind *vollkommen mischbar*. In dem speziellen Fall Wasser-Alkohol tritt beim Lösen ineinander eine Volumensverminderung (Kontraktion) ein.

Rührt man Kochsalz in Wasser ein, so wird dieses nach einiger Zeit ganz verschwinden, es *löst* sich im Wasser auf. Da das Wasser aber nur eine ganz bestimmte Menge des Kochsalzes aufzunehmen vermag, bleibt schließlich festes Kochsalz als Bodenkörper zurück, während die Lösung an Kochsalz *gesättigt* ist.

Demgegenüber bezeichnet man eine Lösung, die nur wenig Kochsalz enthält, also imstande wäre, noch mehr davon aufzulösen, als *ungesättigte* Lösung.

Jene Menge eines Stoffes, die in einem bestimmten Lösungsmittel gelöst werden kann, nennt man seine *Löslichkeit*. Sie wird angegeben in Gramm Substanz, die sich in 100 g Lösungsmittel lösen. Sie ist bei allen Temperaturen verschieden, in den allermeisten Fällen ist sie bei höherer Temperatur größer.

Es kann aber auch der Fall eintreten, daß es zur Bildung einer *übersättigten* Lösung kommt. Das ist eine Lösung, die bei der an-

gegebenen Temperatur mehr von dem Stoff gelöst enthält als seiner Löslichkeit entspricht. Ursache hierfür ist die Trägheit der Stoffe, wodurch z. B. beim langsamen Abkühlen und ruhigem Stehen einer gesättigten Lösung eine Ausscheidung des Stoffes noch unterbleibt. Die Ausscheidung der zuviel in Lösung gebliebenen Substanz erfolgt aber sofort durch Schütteln, Reiben mit einem Glasstab an der Innenwand des Gefäßes („Kitzeln“) oder durch Hinzufügen eines kleinen Holzstückchens oder eines Kriställchens desjenigen Stoffes, der in der Flüssigkeit gelöst ist („Impfen“). An den scharfen Kanten des hinzugefügten Körpers beginnt die Kristallisation, die dann rasch vorwärtsschreitet.

Beim Auflösen fester Stoffe beobachtet man fast immer eine gleichzeitige Abkühlung der Lösung, der Stoff verbraucht zum Lösen Wärme, die er seiner Umgebung entzieht. Die zum Lösen erforderliche Wärmemenge wird *Lösungswärme* genannt.

Ist eine Lösung gesättigt oder nahezu gesättigt, so bezeichnet man sie als *konzentrierte Lösung*, zum Unterschied von der *verdünnten Lösung*.

Wie bereits erwähnt, ist der Sättigungsgrad oder die Löslichkeit eines Stoffes in einem Lösungsmittel je nach der Temperatur verschieden. Trägt man diese Werte in ein Koordinatensystem ein, und zwar auf der Abszisse die Temperatur und auf der Ordinate die dazugehörige Löslichkeit (Gramm Substanz, die sich in 100 g Lösungsmittel lösen), so erhält man durch Verbindung der einzelnen Punkte eine sog. *Löslichkeitskurve*, aus der dann die Löslichkeit bei jeder beliebigen Temperatur abgelesen werden kann.

Aus dieser Kurve ist ferner zu ersehen, ob beim Abkühlen einer Lösung eine Abscheidung des festen Stoffes eintritt oder ob dieselbe erst durch Abdampfen eines Teiles des Lösungsmittels zu erreichen ist.

Beispiele für die Löslichkeit:

1. Kochsalz NaCl. In 100 g Wasser lösen sich:

bei 0°	35,5 g	bei 50°	37,0 g
„ 25°	36,1 g	„ 100°	39,1 g

2. Kaliumnitrat KNO₃. In 100 g Wasser lösen sich:

bei 0°	13,3 g	bei 40°	64 g	bei 80°	172 g
„ 10°	21,1 g	„ 50°	86 g	„ 90°	206 g
„ 20°	31,2 g	„ 60°	111 g	„ 100°	247 g
„ 30°	44,5 g	„ 70°	139 g		

Diese Werte werden nun in einer Kurve zeichnerisch dargestellt (Abb. 125).

Aus einer heißen Kochsalzlösung wird also durch Abkühlen fast kein Kochsalz abgeschieden, da die Löslichkeit des Kochsalzes in der Hitze nur unbedeutend größer ist als in der Kälte. Um es abzuscheiden, müßte ein Teil des Wassers abgedampft werden. Aus einer heiß gesättigten Kaliumnitratlösung dagegen scheidet sich beim Abkühlen festes Kaliumnitrat ab, und zwar beim Abkühlen von z. B. 50° auf 20° $86 - 31,2 \text{ g} = 54,8 \text{ g}$ (für je 100 g Wasser).

2. Lösungsmittel. a) Das meist gebrauchte Lösungsmittel ist das Wasser. Zur Herstellung von Lösungen verwendet man stets destilliertes Wasser, d. h. Wasser, das durch Verdampfen und Wiederkondensieren von den im Wasser enthaltenen mineralischen Bestandteilen befreit ist. Gewöhnliches Wasser enthält Calcium- und Magnesiumsalze (als die sog. Härte des Wassers) sowie kleine Mengen anderer Verunreinigungen, wie Eisen, Chloride u. a.

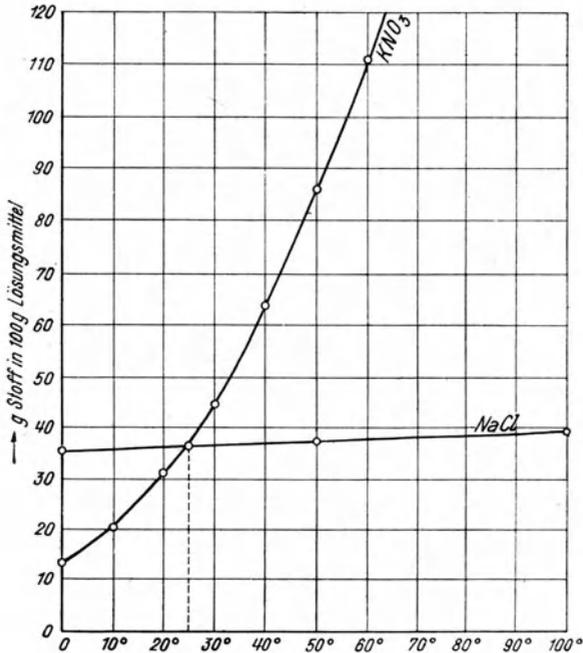


Abb. 125. Löslichkeitskurve.

Brunnenwasser ist meist hartes Wasser, enthält demnach viel Calcium- und Magnesiumsalze gelöst, während Regenwasser ein weiches Wasser ist.

Zur Herstellung von destilliertem Wasser sind in den meisten Laboratorien Destillationsapparate, bestehend aus einer kupfernen Destillierblase, einem Kühler und der Vorlage, aufgestellt.

Zu sämtlichen analytischen Arbeiten muß destilliertes Wasser verwendet werden.

b) Anorganische Lösungsmittel. Säuren, verdünnt und konzentriert (Salzsäure, Schwefelsäure, Salpetersäure);

Laugen, verdünnt und konzentriert (Natronlauge, Kalilauge, Sodalösung, Ammoniak).

Bei der Anwendung dieser Lösungsmittel findet oftmals kein eigentliches Lösen mehr statt, sondern bereits eine chemische Reaktion.

c) Organische Lösungsmittel. Diese werden häufig beim organisch-präparativen Arbeiten und für organisch-analytische Bestimmungen verwendet; Alkohol, Äther, Benzin auch in der anorganischen Analyse.

Die meisten organischen Lösungsmittel sind feuergefährlich, daher ist bei ihrer Verwendung größte Vorsicht geboten (keine Flamme in der Nähe!).

Flaschen mit niedrig siedenden Lösungsmitteln dürfen höchstens $\frac{4}{5}$ gefüllt sein (Raum für entweichende Dämpfe!).

Nachstehend seien die wichtigsten organischen Lösungsmittel angeführt, wobei gleichzeitig Angaben gemacht sind über Mittel, die zu ihrer Reinigung dienen. Kp. bedeutet den Siedepunkt.

Äther.....	Kp. 35°	Entfernen von Alkohol durch wiederholtes Ausspülen mit Wasser. Trocknen mit Chlorcalcium, Natriumsulfat oder Phosphorpenoxyd und schließlich mit Natriumdraht. Nach dem Trocknen muß abdestilliert werden.
Methylalkohol.....	65°	} Trocknen durch Kochen mit Ätzkalk oder entwässertem Kupfersulfat und abdestillieren.
Äthylalkohol.....	78°	
Pétroläther (Leichtbenzin) ..	unter 100°	Reinigung durch Schütteln mit konz. Schwefelsäure, waschen mit Wasser, destillieren.
Benzol.....	80°	} Reinigen durch Erhitzen mit wäßrigen Quecksilbersalzlösungen. Trocknen mit Chlorcalcium und abdestillieren.
Toluol.....	111°	
Aceton.....	56°	Reinigung durch Erhitzen mit kleinen Mengen Kaliumpermanganat und abdestillieren. Trocknen mit Chlorcalcium, entwässertem Kupfersulfat oder Schütteln mit Pottasche durch einige Stunden.
Tetrachlor- kohlenstoff.....	77°	Trocknen mit festem Ätzkali, sodann mit Phosphorpenoxyd und abdestillieren. Tetrachlorkohlenstoff ist nicht brennbar! (Nicht mit Natrium trocknen, da hierbei heftige Explosionen auftreten können!)
Nitrobenzol.....	211°	Trocknen mit Ätzkalk und abdestillieren.

3. Herstellung von Lösungen. a) Lösen fester Stoffe. Da beim Lösen eines Stoffes das Lösungsmittel nur an dessen Ober-

fläche angreifen kann, ist es wichtig, dem zu lösenden Stoff eine möglichst große Oberfläche zu geben, was durch feinstes Zerkleinern erreicht wird. Nahe der Oberfläche bildet sich bald eine konzentrierte oder gesättigte Lösung, man muß daher bestrebt sein, immer neues Lösungsmittel an die Oberfläche des Stoffes zu bringen, folglich ist Rühren erforderlich. Da zum Lösen Wärme verbraucht wird, und die meisten Substanzen bei höherer Temperatur eine größere Löslichkeit besitzen, ist es angezeigt, das Lösungsmittel zu erwärmen.

b) Das Lösen flüssiger Stoffe geschieht durch Verrühren oder Schütteln im Schüttel- oder Scheidetrichter.

c) Lösen von Gasen. Siehe im Abschnitt „Arbeiten mit Gasen“ (S. 200).

4. Arten der Lösung. a) Herstellung einer gesättigten Lösung in der Siedehitze. Kleine Mengen Wasser werden zum Sieden erhitzt und die feste Substanz in kleinen Anteilen zugesetzt, bis diese Portion gesättigt ist, dann gibt man wieder etwas Wasser zu, erhitzt weiter zum Sieden und wiederholt den Vorgang der Sättigung. Von dem schließlich zurückbleibenden ungelösten Teil wird durch Filtration getrennt. (Gegebenenfalls Verwendung eines Heißwassertrichters.)

b) Herstellung einer kaltgesättigten Lösung. Der zerkleinerte feste Stoff wird unter ständigem Rühren portionenweise in das Lösungsmittel eingetragen, bis ein Teil des festen Stoffes als Bodenkörper zurückbleibt, der durch Filtration abgetrennt wird.

c) Herstellung einer verdünnten Lösung. α) Durch direktes Auflösen einer abgewogenen Menge des aufzulösenden Stoffes in einer ebenfalls genau bekannten Menge Lösungsmittel. Die Einstellung geschieht nach Gewichts- oder Volumprozenten.

Spricht man von einer 20%igen Lösung, so ist damit stets eine Lösung gemeint, die 20 Gew.-% der Substanz gelöst enthält.

Eine 20%ige Lösung enthält also in 100 g der fertigen Lösung 20 g des gelösten Stoffes. Zu ihrer Herstellung benötigt man 80 g Lösungsmittel und 20 g des zu lösenden Stoffes.

Ein 15 vol.-%iger Alkohol enthält in 100 ccm Lösung 15 ccm reinen Alkohol.

β) Durch Verdünnen einer konz. Lösung.

Beim *Verdünnen* einer konzentrierten Säure oder Lauge mit Wasser tritt starke Erwärmung ein. Die so frei werdende *Verdünnungswärme* muß durch äußere Kühlung abgeleitet werden. Beispielsweise erwärmt sich konz. Natronlauge und in noch höherem Maße konz. Schwefelsäure beim Verdünnen mit Wasser

so stark, daß ein Aufwallen der Flüssigkeit eintreten kann. Es ist daher streng darauf zu achten, daß beim Verdünnen stets die Säure in das Wasser gegossen und während des Prozesses dauernd gerührt wird, um örtliche Überhitzung, die zum Verspritzen führen kann, zu vermeiden (Schutzbrille!).

In verschiedenen Vorschriften werden Lösungen gefordert, die die Bezeichnung 1 : 1, 1 : 3, 1 : 10 usw. tragen. Das bedeutet, daß z. B. eine Salzsäure 1 : 3 aus 1 Volumteil konz. Salzsäure und 3 Volumteilen Wasser besteht.

Soll eine konz. Lösung von genau bekanntem Gehalt auf eine bestimmte Konzentration verdünnt werden, kann in jedem Fall die Mischungsgleichung zur Errechnung dienen. Dabei ist es gleichgültig, ob die Verdünnung mit Wasser oder einer verdünnten Lösung vorgenommen werden soll.

Die Mischungsgleichung lautet:

$$(a \cdot x) + (b \cdot y) = (a + b) \cdot z.$$

Darin bedeuten:

a Gramm der konz. Lösung;

x Prozentigkeit der konz. Lösung;

b Gramm der verd. Lösung;

y Prozentigkeit der verd. Lösung. Bei Verwendung von Wasser ist $y = \text{Null}$, also der ganze Ausdruck $(b \cdot y) = \text{Null}$;

$a + b$ Summe der Gewichte der beiden Lösungen (= Endgewicht der erhaltenen Lösung);

z Endkonzentration der erhaltenen Lösung in Prozent.

Beispiele:

1. 300 g einer 96%igen Schwefelsäure sind mit 500 g einer 48%igen Schwefelsäure zu mischen. Wie stark ist die erhaltene Säure!

$$300 \cdot 96 + 500 \cdot 48 = 800 \cdot z$$

$$28800 + 24000 = 800 z$$

$$z = 66\%.$$

2. 200 g einer 80%igen Schwefelsäure sind mit Wasser auf eine 72%ige Schwefelsäure einzustellen. Wieviel Gramm Wasser werden benötigt?

$$200 \cdot 80 + 0 = (200 + b) \cdot 72$$

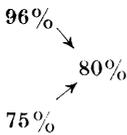
$$16000 - 14400 = 72 b$$

$$b = 1600 : 72 = 22,2 \text{ g Wasser.}$$

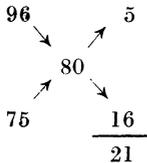
Zu dem gleichen Ergebnis gelangt man durch Anwendung der sog. *Mischungsregel*.

Beispiele:

1. Eine Lösung von 96% soll mit einer Lösung von 75% auf 80% gestellt werden.

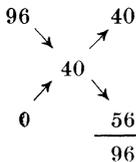


Aus den so aufgeschriebenen Zahlen bildet man in Richtung der Pfeile die Differenzen.



Die Zahlen dieses Pfeilkreuzes werden nun folgendermaßen gelesen: Durch Mischen von 5 Teilen 96%iger Lösung mit 16 Teilen 75%iger Lösung entstehen 21 Teile einer 80%igen Lösung.

2. Eine Lösung von 96% ist mit Wasser auf 40% zu verdünnen.



40 Teile der 96%igen Lösung müssen mit 56 Teilen Wasser gemischt werden, um 96 Teile einer 40%igen Lösung zu erhalten.

d) Herstellung einer Lösung im Maßkolben. α) Lösungen, die eine feste Einwaage enthalten, z. B. 1 g pro Liter.

Die genau abgewogene Substanzmenge wird quantitativ in den Maßkolben gespült, dieser fast bis zur Marke mit destilliertem Wasser aufgefüllt, auf seine Eichungstemperatur eingestellt und die noch fehlende Wassermenge tropfenweise bis zur Marke zugesetzt. Nach Verschuß wird gut durchgemischt.

β) Normallösungen. Eine *Normallösung* enthält im Liter 1 Grammäquivalent des gelösten Stoffes, also eine Menge, die nach ihrem chemischen Wirkungswert jeweils 1 Grammatom Wasserstoff entspricht.

Das Äquivalentgewicht ist bei Salzsäure (HCl) und Salpetersäure (HNO₃) gleich dem Molekulargewicht, bei Schwefelsäure (H₂SO₄) gleich dem halben Molekulargewicht, weil Salz- und Salpetersäure ein, Schwefelsäure zwei durch Metall ersetzbare Wasserstoffatome enthalten.

Das Äquivalentgewicht von Kali- und Natronlauge ist gleich dem Molekulargewicht, von Soda gleich der Hälfte desselben, denn Kalilauge KOH und Natronlauge NaOH besitzen eine OH-Gruppe, Soda dagegen ist zweibasisch, ein Molekül verbraucht also zur Neutralisation zwei Moleküle Salzsäure.

Der Vorteil von Normallösungen ist der, daß gleiche Volumina von Lösungen gleicher Normalität äquivalente Stoffmengen enthalten, daher 20 ccm n/1-Säure genau 20 ccm n/1-Lauge entsprechen oder zur Neutralisation benötigen.

Bereitung von Normallösungen:

1. Durch genaue Einwaage des Äquivalentgewichtes des chemisch reinen Stoffes, Auflösen und quantitatives Einfüllen in den Litermaßkolben und Auffüllen mit dest. Wasser auf 1 l.

2. Man stellt eine Lösung her, die ungefähr der gewünschten Normalität entspricht, und stellt die Abweichung durch eine Titration fest (Bestimmung des Faktors). Diese Methode wird man bei Verwendung von nicht ganz reinen Substanzen stets anwenden müssen (siehe auch S. 83).

3. Man verwendet das käufliche Fixanal. Das sind in Glasröhrchen eingeschmolzene, genau abgewogene Mengen, die, in 1 l aufgelöst, direkt n/10-Lösungen ergeben. Hierbei muß das Einschmelzröhrchen vorsichtig geöffnet werden (anritzen und abbrechen) und die Überspülung in den Maßkolben sehr sorgfältig geschehen, um Substanzverluste und damit grobe Fehler zu vermeiden.

Tabelle einiger wichtiger Normallösungen.

Eine Normallösung enthält Gramm Substanz im Liter gelöst:

Salzsäure	36,47	Natriumthiosulfat	158,11
Schwefelsäure	49,04	Jod	126,92
Natronlauge	40,01	Kaliumpermanganat ...	31,60
Soda	53,00	Silbernitrat	169,89

Zehntelnormallösungen (n/10) enthalten demnach den zehnten Teil der in der Tabelle angegebenen Menge.

5. Bestimmung der Löslichkeit. Die beiden hier beschriebenen Methoden gestatten nur eine annähernd genaue Bestimmung der Löslichkeit. Sie sind aber rasch und mit einfachen Hilfsmitteln durchzuführen.

1. Die feingepulverte Substanz wird in einem größeren, 50 bis 60 ccm fassenden Reagenzglas in dem heißen Lösungsmittel gelöst, nach erfolgter Lösung wird das Glas in ein weiträumiges Becherglas mit kaltem Wasser gestellt und der Inhalt mit einem scharfkantigen Glasstab so lange heftig umgerührt, bis der Inhalt die Temperatur des umgebenden Wassers angenommen hat. Nun läßt man das Ganze etwa 2 Stunden stehen, notiert die Temperatur des ebenfalls umgerührten Wassers im Becherglas, rührt den Inhalt des Reagenzglases nochmals sehr heftig und filtriert dann sofort die für die Bestimmung erforderliche Menge durch ein trockenes Faltenfilter in einen gewogenen Tiegel oder ein Wägegglas, wägt und ermittelt den Abdampfdruckstand.

2. Man löst in einer gewogenen Menge Lösungsmittel soviel abgewogene, feingepulverte Substanz unter Rühren und genauer

Einhaltung der betreffenden Temperatur, daß noch ein Rest als Bodenkörper zurückbleibt. Dieser wird durch ein trockenes Filter abgesaugt und ohne zu waschen getrocknet. (Das Waschen dürfte nur mit einem anderen Lösungsmittel, in der der feste Stoff unlöslich ist, vorgenommen werden, so daß nur eine Verdrängung vorhandener Mutterlauge erfolgen kann, z. B. Auswaschen des Nitrobenzols durch den leichter flüchtigen Methylalkohol.) Die Differenz der Wägungen der angewandten und der zurückgetrockneten Menge ergibt die im Lösungsmittel gelöste Menge.

Benutzte Literatur:

- GRIMSEHL-TOMASCHEK: Lehrbuch der Physik. 1940.
STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
BILTZ: Ausführung quantitativer Analysen. 1939.
TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1941.
HOUBEN: Die Methoden der organischen Chemie. 1925.
BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

11. Filtern.

Filtern ist die Trennung eines festen Stoffes von einer Flüssigkeit.

Diese Trennung kann geschehen durch Dekantieren, welches möglichst jeder Filtration vorausgehen sollte, Filtrieren oder Schleudern.

Beim *Dekantieren* läßt man den festen Stoff am Boden des Gefäßes absitzen und zieht die darüberstehende Flüssigkeit vorsichtig ab, während beim Filtrieren das Gemenge von festem Stoff und Flüssigkeit durch Siebe oder poröse Materialien, welche nur die Flüssigkeit durchlassen, in seine Bestandteile zerlegt wird.

Zur vollständigen Gewinnung des festen Bestandteiles (Niederschlag) verbindet man das Dekantieren zweckmäßig mit gleichzeitiger Filtration. Der Vorteil einer solchen Arbeitsweise liegt darin, daß das Filter, solange wenig oder kein Niederschlag vorhanden ist, die Flüssigkeit rascher hindurchläßt, andererseits auch darin, daß das Auswaschen sich meist besser mit der im Gefäß vorhandenen Suspension (Aufschlammung) ausführen läßt als auf dem Filter, wo sich leicht Risse und Kanäle im Niederschlag bilden, die ein gründliches Auswaschen verhindern.

Von dem im Becherglas oder Kolben abgesetzten Niederschlag (Becherglas etwas schief stellen, damit der Niederschlag beim späteren Abgießen der überstehenden Flüssigkeit nicht aufgewirbelt wird) gießt man die Hauptmenge der überstehenden Flüssigkeit

entlang eines Glasstabes auf das Filter, rührt den Niederschlag im Gefäß mit neuer Waschflüssigkeit gründlich durch, läßt abermals absitzen, gießt wieder ab und wiederholt dies einige Male, bis man schließlich die Hauptmenge des Niederschlages mit auf das Filter bringt. Vereinfacht wird das Abgießen der überstehenden Flüssigkeit, wenn das Dekantiergefäß in geringer Höhe über dem Boden eine rippenartige Einbuchtung besitzt (Abb. 126), hinter der beim Dekantieren der Niederschlag zurückgehalten wird, so daß die Flüssigkeit nahezu vollständig abgossen werden kann. Will man schließlich die Hauptmenge des Niederschlages auf das Filter bringen, spült man denselben über einen zweiten gegenüberliegenden Ausguß aus dem Dekantiergefäß.



Abb. 126.
Dekantiergefäß.

Soll die Flüssigkeit quantitativ gewonnen werden, ist darauf zu achten, daß kein Tropfen an der Außenwand des Gefäßes herabfließt (schwaches Einfetten der Ausgußstelle). Damit beim Ausgießen der Flüssigkeit kein Verspritzen eintritt, läßt man die Flüssigkeit entlang eines Glasstabes, der an den Rand des Gefäßes angelegt wird gegen die Innenwand des Aufnahmegefäßes laufen.

Beim *Filtern* unterscheidet man zwei Möglichkeiten:

1. kann es sich um die Befreiung einer Flüssigkeit von einem nichterwünschten Niederschlag handeln oder
2. um die Befreiung eines reinen, unlöslichen Niederschlages von einer unerwünschten Flüssigkeit.

A. Filtermaterial.

Als Filtermassen kommen poröse Stoffe in Betracht, welche nur Flüssigkeiten, nicht jedoch feste Stoffe hindurchlassen.

1. Papier. Papier ist das wichtigste Filtermaterial des Laboratoriums. Es soll eine gleichmäßige, knotenfreie Beschaffenheit haben und möglichst aschenfrei sein.

Die Güte des verwendeten Filtrierpapiers richtet sich naturgemäß nach der durchzuführenden Arbeit. Für qualitative Filtrationen wird ein geringer Aschengehalt des Filtrierpapiers keine Rolle spielen, während bei quantitativen Analysen aschenfreies oder nahezu aschenfreies Filtrierpapier von bekanntem Aschengehalt (um das Gewicht der Asche bei späteren Rechnungen berücksichtigen zu können) verwendet wird.

Kleine Fädchen, die während des Arbeitens von einem Filtrierpapier abgerissen werden können, entfernt man zu Beginn des Filtrierens dadurch, daß man etwas Wasser durch das Filter gießt,

bis das Filtrat klar abläuft. Gänzlich vermieden wird dieser Nachteil bei Verwendung von gehärtetem Filtrierpapier oder Glasfiliertiegeln.

Aschenfreies Filtrierpapier wird erzeugt durch Waschen des Filtrierpapiers mit Salzsäure, Flußsäure und destilliertem Wasser. Der Aschenrückstand beträgt pro Quadratdezimeter zirka 0,073 mg. Durch die angeführte Behandlung sind dem Filtrierpapier die löslichen mineralischen Stoffe entzogen. Der Aschenrückstand der einzelnen Filterscheiben ist auf den Packungen derselben angegeben.

Die drei meist angewandten Filtrierpapiersorten bezüglich der Porengröße sind:

Herstellerefirma und Filtrierpapiersorte			Anwendungsbereich
Schleicher & Schüll, Düren	Delta-Filter Büngeler & Co., Düren	Macherey, Nagel & Co., Düren	
Schwarzband (Nr. 589 ¹)	Blaukreuz (Nr. 365)	Graupackung (Nr. 64 ow)	Filtern infolge ihres lockeren Gefüges sehr rasch. Voraussetzung für ihre Verwendung ist das Vorhandensein grober Niederschläge.
Weißband (Nr. 589 ²)	Braunkreuz (Nr. 366)	Weißpackung (Nr. 64 om)	Die gebräuchlichste Sorte für die meisten analytischen Arbeiten.
Blauband (Nr. 589 ³)	Grünkreuz (Nr. 367)	Grünpackung (Nr. 64 od)	Langsame Filtration, aber für sehr feine Niederschläge geeignet.

Für besondere Zwecke dienen „gehärtete Filter“, d. s. Filter, die in Schwefelsäure-Salpetersäure eingetaucht und dadurch dichter und härter geworden sind. Die Filtration durch solche Filter geht sehr langsam vonstatten, sie sind aber für die feinsten Niederschläge verwendbar. Die Niederschläge lassen sich von ihnen glatt abnehmen, da die Oberfläche glatt und faserfrei ist.

Für Spezialarbeiten werden eigens für diesen Zweck hergestellte Filtrierpapiere verwendet. Z. B. *extradickes* Filtrierpapier und *Filterkarton* zur Filtration schwierig zu klärender Flüssigkeiten und Öle (auch für Filterpressen verwendbar), *dünnes, genarbttes* Filtrierpapier zur Schnellfiltration von Essenzen und Spirituosen, *gekrepptes* Filtrierpapier zur Filtration von Ölen, Filtrierpapier, welches in feuchtem Zustand schwarz erscheint, zur Erkennung geringster Spuren eines hellgefärbten Niederschlages, *entfettetes* Filtrierpapier, *Filtrierpapier für Tüpfelreaktionen*, welches die Fähigkeit besitzt, den daraufgebrachten Tropfen rasch auf-

zunehmen, ohne demselben eine zu große Ausdehnung zu gestatten, u. a.

Die meisten dieser Sorten werden sowohl in Form großer

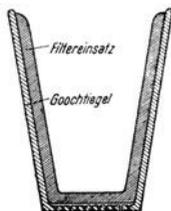


Abb. 127. Gooch-Tiegel mit Filtereinsatz.



Abb. 128. Extraktionshülse.

Bögen als auch bereits geschnittener *Rundfilter* liefert, einige davon auch als *Faltenfilter*.

Aus Papier werden ferner hergestellt:

Filtereinsätze für Gooch-Tiegel (Verwendung in der Zuckerindustrie, Abb. 127), *Filterhüte*, die in jeden normalen Trichter einpassen, *Hülsen für Extraktionsapparate* (Abb. 128)

aus fettfreiem Filtrierpapier in verschiedenen Größen u. a.

2. Asbest. Asbest ist hervorragend säure-, alkali- und feuerbeständig. Verwendet in Form von Fasern und als Gewebe.

3. Glas. Es dient zur Filtration starker Säuren und als Filtermaterial bei analytischen Arbeiten.

a) Als *Glaswolle*, die leicht in die Spitze eines gewöhnlichen Trichters eingedrückt wird.

b) Als *Sinterglasplatten* in den Glasfiltergeräten (S. 113).

4. Sand. In Bottichen werden auf eine Unterlage aus gewaschenen Steinen oder Scherben zunächst kleinere Steinbrocken, dann grober Kiesel und zuletzt feiner Sand geschichtet.

Verwendung zur Filtration großer Wassermengen.

5. SteinfILTER. Material für SteinfILTER sind Porzellan, Ton, Schamotte, Quarz, Kieselgur, Kohle, Graphit von bestimmter Körnung, die durch ein Bindemittel so miteinander vereinigt sind, daß Platten von bestimmter Porengröße entstehen. Diejenige Seite der Platte, die mit dem Filtergut in Berührung kommt, ist glatt und engporig, die untere Seite in der Regel geriffelt und weitporig. Die Riefen haben den Zweck, bei der Lagerung auf ebenem Boden das Filtrat frei ablaufen zu lassen.

Als SteinfILTERträger benutzt man im Laboratorium die gewöhnlichen Nutschen, in die ein kreisrunder, möglichst eng anpassender Filterstein eingelegt wird. Die Fugen zwischen Nutschenwand und Filterstein werden durch Ausgießen mit geschmolzenem Schwefel oder durch Ausstopfen mit Bleiwolle oder Asbestschnur ausgefüllt.

6. Gewebe. Gewebe werden angewandt wie Papierfilter, hauptsächlich als Filtermaterial für Nutschen, Zentrifugen und Filterpressen.

Baumwolle für neutrale und alkalische Flüssigkeiten.

Wolle für saure Flüssigkeiten.

Nitrotuch ebenfalls für Säuren. Zur Herstellung des Nitrotuches wird Baumwollgewebe 1 Stunde in kalte Salpetersäure von 48° Bé eingetaucht, und nachdem die anhängende Salpetersäure abgelaufen ist, eine weitere Stunde in Schwefelsäure von 60° Bé, worauf mit Wasser völlig ausgewaschen wird. Nitrotücher müssen stets in feuchtem Zustand aufbewahrt werden (in Behältern mit Wasser), da sie in trockenem Zustand äußerst feuergefährlich sind und explosionsartig verbrennen.

Jute findet ähnliche Verwendung wie Baumwolle.

Asbest siehe unter Punkt 2.

Pe-Ce-Filtertuch, hergestellt aus einem synthetischen Kunststoff, ist nicht feuergefährlich und viel widerstandsfähiger und haltbarer als andere Gewebe. Es kann sowohl für saure als auch alkalische Flüssigkeiten verwendet werden und ist auch für höhere Temperaturen geeignet. Unbeständig ist es gegen heiße organische Flüssigkeiten.

Einlegen des Gewebes in die Nutsche: Ein Stück, genau in die Nutsche passend, wird eingelegt, mit Waschflüssigkeit durchfeuchtet und mit einem plattgedrückten Glasstab, einem Pistill oder umgedrehten Glasstopfen fest auf die Unterlage aufgedrückt und gleichzeitig angesaugt.

Eine Filtration zerfällt in folgende Phasen:

1. Vorbereitung des Filters,
2. Dekantieren der Flüssigkeit auf das Filter,
3. Überführung des Niederschlages auf das Filter und
4. Auswaschen des Niederschlages auf dem Filter.

Das Filtermaterial wird dabei in einem Trichter entweder konisch, also unter Anpassung an die Wandungen, oder flach mittels eingelegter Siebplatten untergebracht.

Die Filtration kann je nach den Bedingungen eine solche bei gewöhnlichem Druck, mittels Unterdruck oder durch Überdruck sein.

B. Filtration bei gewöhnlichem Druck.

1. **Durchführung der Filtration.** Das Filtrieren geschieht mit Hilfe eines Trichters. Ein *Trichter* ist ein konisches Gefäß, in dessen Spitze sich eine Öffnung oder ein Ansatzrohr befindet. Der Kegel soll einen Winkel von 60° einschließen (Abb. 129).

Soll die Filtration sehr rasch vor sich gehen (z. B. die Filtration heiß gesättigter Lösungen aus denen sich beim Erkalten der gelöste Stoff rasch wieder ausscheidet), verwendet man kurze Trichter mit weitem Rohr, damit kein Verstopfen eintreten kann.

Für analytische Zwecke dagegen wendet man langhalsige

Trichter mit engem Rohr an. Das lange Trichterrohr wirkt infolge der langen Wassersäule saugend und dadurch beschleunigend.

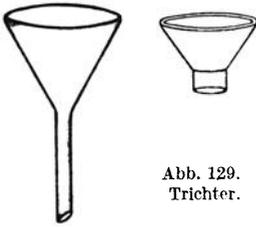


Abb. 129.
Trichter.

Diese Saugsäule kann noch verlängert werden durch Anlegen des Trichterrohres an die Wand des Gefäßes, das das Filtrat aufnimmt. Die Flüssigkeit darf also nicht vom Trichter abtropfen, sondern soll an der Wand des Auffanggefäßes abfließen.

Das kreisrund geschnittene Papierfilter wird zweimal zusammengelegt, so daß ein Viertelkreis entsteht. Nun faßt man mit dem Zeigefinger so in die entstandene Tüte, daß unter dem Finger eine dreifache Papierschicht, darüber nur eine einfache liegt. Die so gebildete Tüte wird in den Trichter eingelegt, das eingelegte Filter mit Wasser befeuchtet und mit dem Finger an die Trichterwandungen so angeedrückt, daß zwischen Filter und Trichterwand und ebenso unter der Spitze des Filters und im Trichterrohr keine Luftblasen vorhanden sind. Das Wasser soll im Trichterrohr, auch wenn das Filter leer ist, in einer luftblasenfreien hängenden Säule vorhanden sein.

In Ermanglung eines bereits geschnittenen Filters fertigt man sich ein solches selbst an. Ein quadratförmiges Stück wird zweimal zusammengelegt, so daß ein Quadrat von einem Viertel der Größe des ersteren entsteht. Nun schneidet man mit einer Schere die freien Ecken rund ab. Das nun auseinandergefaltete Filter hat eine Kreisform.

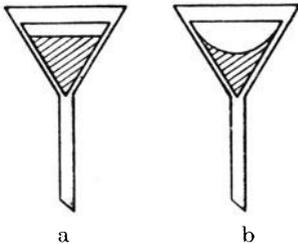


Abb. 130. Füllung des Filters.



Abb. 131. Gummiwischer.

Für analytische Arbeiten darf das eingelegte Filter nur so groß sein, daß zwischen Filter- und Trichterrand noch zirka 5 mm Abstand bleiben. Die Größe des Filters richtet sich immer nach der Menge des zu filtrierenden Niederschlages und nicht nach der Menge der Flüssigkeit. Man wähle daher das Filter möglichst klein, einerlei, ob viel oder wenig Flüssigkeit vorhanden ist. Den aufgebrauchten Niederschlag lasse man nie bis zum oberen Rand

des Filters reichen, sondern es müssen wiederum 5 mm frei bleiben, und auch dann darf das Filter nicht bis zu dieser Höhe angefüllt werden, wie die Abb. 130 a zeigt, sondern so, wie es in der Abb. 130 b angedeutet ist, damit genügend Platz für die Waschflüssigkeit vorhanden ist. Die Verwendung zu großer Filter gehört zu den größten analytischen Fehlern. Das Aufgießen auf das Filter geschieht wie in Abb. 120, S. 86, dargestellt.

Nachdem nach vorangegangener Dekantation die Hauptmenge des Niederschlages auf das Filter gebracht wurde, werden die letzten Reste des an den Wandungen des Becherglases anhaftenden Niederschlages durch Losreiben mit einem *Gummiwischer*, der an einem Glasstab befestigt ist oder mit einer *Federfahne* und unter Zuhilfenahme der Spritzflasche entfernt. Ganz hartnäckig anhaftende Teilchen können nochmals aufgelöst und wieder ausgefällt werden.

Ein Gummiwischer wird durch Überziehen eines zirka 15 mm langen Stückchens dünnen, eng anschließenden Bürettenschlauches über einen abgeschmolzenen Glasstab hergestellt, so daß das Schlauchende mit der Stabkuppe abschneidet. So hergerichtete Glasstäbe haben außerdem den Vorteil, daß ein Durchstoßen des Glasgefäßes vermieden wird. Eine andere häufig benutzte Art des Gummiwischers erhält man durch Zusammenkleben zweier kleiner, unten etwas breiterer Gummipplatten, zwischen die das Ende eines Glasstabes reicht (Abb. 131).

Eine Federfahne stellt man sich aus einer Kielfeder, der man die unteren Federn abgerissen und nur die Spitze belassen hat, her.

Bei lang dauernden Filtrationen halte man zum Schutz gegen Staub sowie um das Verdunsten der Flüssigkeit zu verhindern, Trichter und Auffanggefäß mit einem Uhrglas bedeckt.

Es empfiehlt sich, vor dem Beginn des Waschens das Auffanggefäß zu wechseln. Dadurch wird vermieden, daß bei plötzlich eintretendem Trüblaufen während des Waschens das *gesamte* Filtrat nochmals filtriert werden muß.

2. Vorrichtungen zum Festhalten des Trichters. Zum Festhalten des Trichters dienen *Filtrierstative* aus Holz, mit einem in der Höhe verstellbaren Arm mit kreisrunden Löchern zum Einsetzen der Trichter. Diese Anordnung eignet sich besonders für Reihenfiltrationen.

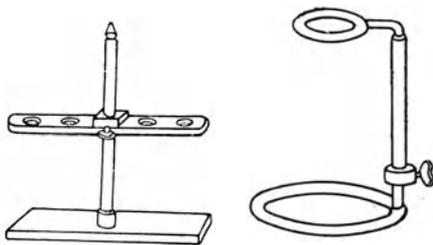


Abb. 132. Filtrierstative.

Im einfachsten Fall benutzt man ein Eisenstativ mit einem Eisenring (mit einer Holz- oder Porzellaneinlage). Auch Glasdreiecke, die leicht selbst anzufertigen sind und mittels Siegelack in eine Muffe eingekittet werden, sind in Gebrauch. Ebenso werden Metallstative, die aus zwei übereinander angeordneten, der Höhe nach verstellbaren Ringen bestehen, von denen der untere als Auflage auf den Tisch dient, verwendet (Abb. 132).

Ganz entbehren lassen sich Stative bei Verwendung von ERLÉNMEYER-Kolben, die einen Ausguß besitzen, durch den die durch das Filtrat verdrängte Luft entweichen kann.

3. Schutz gegen das Zerreißen der Filter. Zu stark mit Niederschlag belastete Filter bekommen leicht, besonders wenn ein zu großer Teil der Filterspitze frei hängt, Risse. Man schützt sich dagegen

1. durch Eintauchen der Spitze des trockenen Filters vor dem Gebrauch für kurze Zeit in Salpetersäure (vom spez. Gew. 1,42) und gründliches Auswaschen des Filters mit Wasser, oder

2. man verstärkt die Spitze des Filters entweder durch ein zweites, möglichst kleineres Filter oder durch einen durchlöchernten Filterkonus aus Porzellan oder Platin (Abb. 133).



Abb. 133.
Filterkonus.

4. Schutz gegen das Durchlaufen feiner Niederschläge. Hierbei sei darauf verwiesen, daß man für verschieden feine Niederschläge auch verschiedene Filtrierpapiersorten verwendet, bzw. durch Anwendung von zwei Lagen Filtrierpapier, also eines doppelten Filters, das Filter verstärkt.

Beim „Durchgehen“ feinsten Niederschläge durch feinporiges gehärtetes Filtrierpapier genügt es in den meisten Fällen, das trübe Filtrat (zu Beginn einer Filtration tritt dies häufig ein) immer wieder von neuem durch dasselbe Filter zu gießen, bis es klar abläuft, weil sich die Poren allmählich verengen. Ein anderes Mittel hat man in der Zugabe einer flockigen oder pulvrigen Substanz, die dem späteren Verarbeiten des Niederschlages unschädlich ist, zu der trüben Flüssigkeit. Solche Stoffe sind z. B. Papierbrei oder Salze.

Filterbrei wird in Form von Tabletten von zirka 1 g Gewicht (Aschengehalt pro Gramm 0,0002 g) geliefert. Sie verteilen sich rasch und gleichmäßig in destilliertem Wasser und ergeben ein klares Filtrat bei feinen Niederschlägen, ermöglichen ein rasches Auswaschen bei feinen und schleimigen Niederschlägen, ein schnelleres Trocknen und eine damit verbundene lockere Struktur des getrockneten Filterinhalts, dadurch leichtere Veraschung. Anwendung bei Fällungen von Calciumoxalat, Ammoniummagnesiumphosphat, Bariumsulfat, Zinksulfid u. a.

Oft wird die Korngröße eines Niederschlages schon durch längeres *Digieren* (Stehenlassen) in der Wärme oder durch anhaltendes Schütteln vergrößert und das Zusammenballen des Niederschlages gefördert.

5. Beschleunigung des Filtrierens. a) Die Filtration heißer Flüssigkeiten verläuft im allgemeinen rascher als diejenige kalter.

Um das Filtrat heiß zu halten, bedient man sich folgender Mittel: Bedecken mit einem Uhrglas, Anwendung eines Heißwassertrichters oder eines elektrisch geheizten Trichters (für feuergefährliche Flüssigkeiten).

Beim *Heißwassertrichter* (Abb. 134) wird der Glastrichter in einen passenden Doppelmantel aus Blech, in dem sich Wasser befindet, eingesetzt. Geheizt wird das Wasser durch Unterstellen einer Gasflamme unter den abstehenden Sporn. Dabei ist darauf zu achten, daß das Wasser nicht vollständig verdampft. Um diese Unsicherheit zu vermeiden, werden Heißwassertrichter mit automatischer Wasserfüllung (siehe diese im Abschnitt „Wasserbäder“, S. 140) verwendet.



Abb. 134. Heißwassertrichter.



Abb. 135. Trichter mit Heizschlange.



Abb. 136. Rippentrichter.



Abb. 137. Analysen-trichter.



Abb. 138. Trichter mit Schleifenrohr.

Steht ein solcher Trichter nicht zur Verfügung, hilft man sich dadurch, daß man um den Glastrichter eine *Heizschlange* aus Blei spiralförmig wickelt (Abb. 135), durch die ständig heißes Wasser oder Dampf geleitet wird.

b) Durch Veränderung der Trichterform hat man es ebenfalls in der Hand, die Geschwindigkeit des Filtrierens zu beeinflussen. Man verschafft der durch die Poren sickernden Flüssigkeit einen möglichst glatten Abfluß an der Innenwand

des Trichterkonus. Dies wird erreicht durch Schaffung einer gerieften Innenwand beim sog. *Rippentrichter* (Abb. 136). Die Wirkung ist ähnlich der des Faltenfilters.

Beim *Analysentrichter* von Schott & Gen., Jena (Abb. 137), beträgt der Trichterwinkel *genau* 60° , es liegt daher das doppelt gefaltete Papierrundfilter vollkommen glatt an und ein Ansaugen von Luft ist unmöglich. Im unteren Teil des Trichterkonus sind drei (bei größeren Trichtern sechs) Aussparungen, die einen ungehinderten Durchlauf des Filtrats gestatten, während die zwischen den Aussparungen befindlichen Stege das Filter gegen das Zerreißen sichern. Außerdem sind außen drei dünne Rippen angebracht, um beim Aufsetzen auf den Kolbenhals die Luft entweichen zu lassen.

c) Auch die Verlängerung bzw. Veränderung des Trichterrohres führt zum gleichen Ziele.

Bei Anwendung eines gewöhnlichen Trichters ist es wichtig, daß das Filter unbedingt an allen Stellen die Wand berührt und die Flüssigkeitssäule im Trichterrohr nicht abreißt, also keine Unterbrechung erfährt, da nur eine lange, zusammenhängende Säule

eine Saugwirkung ergibt. Daher Verwendung von Trichtern mit langem Trichterrohr, bzw. Verlängerung desselben durch Ansetzen eines weiteren Rohres.

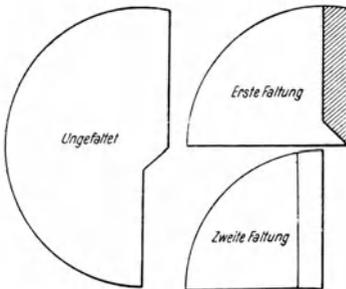


Abb. 139. Offenes Filter.



Abb. 140. Faltenfilter.

Noch besser ist die Wirkung bei Anwendung eines Trichters mit *Schleifenrohr*, in dem sich eine Flüssigkeitssäule sammelt, wodurch das Filtrieren bedeutend rascher verlaufen soll (Abb. 138).

Beim Rapidanalysentrichter ist das zirka 3 mm starke Trichterrohr oben zylindrisch erweitert, wodurch die Bildung einer Flüssigkeitssäule gefördert wird.

d) Verwendung von ungenauen Trichtern. In solche Trichter, bei denen der Einschlußwinkel nicht genau 60° beträgt, paßt ein normal gefaltetes Filter nicht genau ein. Die Folge davon ist, daß sich kleine Luftkanäle zwischen Filter und Trichter bilden, die das rasche Filtrieren und Auswaschen des Trichterinhalts

verhindern. Diesem Übelstand wird dadurch abgeholfen, daß man das Rundfilter nicht genau in der Mitte zusammenfaltet und so die Tüte dem Trichterkonus anpaßt oder viel besser durch Einlegen eines sog. „*offenen Filters*“ (Abb. 139). Das Filter wird so gefaltet, daß der über den Halbkreis ragende Teil nach außen kommt. Das Filter legt sich (besonders beim Ansaugen) fest an.

e) Für präparative Arbeiten, bei denen man eine große Flüssigkeitsmenge von groben, mechanischen Verunreinigungen oder vom Bodensatz abtrennen will, bedient man sich größerer Trichter mit etwas weiterem Trichterrohr und benutzt Faltenfilter. Diese können entweder fertig gefaltet gekauft werden (Abb. 140) oder aus gewöhnlichem Filtrierpapier selbst hergestellt werden. Faltenfilter wirken durch eine größere nutzbare Oberfläche.

Herstellung eines Faltenfilters:

Man schneidet aus einem Bogen Filtrierpapier ein quadratisches Stück und faltet dieses einmal, also zu einem Rechteck, zusammen. Dieses wird nochmals gefaltet, so daß wiederum ein Quadrat entsteht, man öffnet letzteres aber sogleich wieder in die vorige Lage. Das entstandene Rechteck wird so gelegt, daß die offene Breitseite nach oben liegt und der mittlere Falt mit der Kante nach oben zeigt. Nun wird das linke und rechte Achtel eingefaltet, wobei der Falt nicht genau zur Spitze, sondern ein wenig davon entfernt, läuft und öffnet es abermals zur vorigen Lage. Würden alle Falten genau in die Spitze laufen, könnte das fertige Filter leicht einreißen. Zum Schluß wird jedes Achtel in drei Teile gefaltet, und zwar wird von außen nach innen begonnen, der zweite Falt geht auf die verkehrte Seite, der dritte fällt bereits mit dem Achtelfalt zusammen, der vierte Falt (erster Falt des zweiten Achtels) nach außen, der fünfte nach innen, der sechste nach außen (fällt mit dem bereits vorhandenen mittleren Falt zusammen). Ebenso wird von der anderen Seite aus verfahren, bis das ganze Filter in der Art einer Ziehharmonika gefaltet ist. In diesem Zustand wird es oben abgeschnitten und hat nach dem Öffnen eine Kreisform.

Bei Gebrauch wird es zu einer Tüte aufgemacht und lose in den Trichter eingelegt.

Um die Spitze zu schonen, kann das vorbereitete Faltenfilter so mit dem Finger gefaßt werden, daß man zirka 1 cm der Spitze zwischen den Fingern hält und nun das ganze Filter umstülpt, wodurch die Spitze nach innen etwas in die Höhe reicht.

Ähnlich wirken, wie bereits erwähnt, die sog. Rippentrichter, in die glatte Filter eingelegt werden, welche gegenüber den Faltenfiltern den Vorteil haben, daß sie nicht so leicht reißen.

6. Selbsttätige Filtration. Bei der Filtration großer Flüssigkeitsmengen und beim Auswaschen größerer Mengen schleimiger Niederschläge ist das Aufgießen der Flüssigkeit auf das Filter oft recht mühsam. Man bedient sich in solchen Fällen vorteilhaft eines Gerätes zum selbsttätigen Filtrieren. Die Abb. 141 zeigt einen derartigen Apparat nach KAPSENBERG (Lieferfirma Schott u. Gen., Jena).

Arbeitsweise: Wichtig ist, daß das Papierfilter überall am Trichterrand vollkommen dicht anliegt (die Luft darf die Filterschicht nicht passieren), um ein konstantes Niveau zu halten.

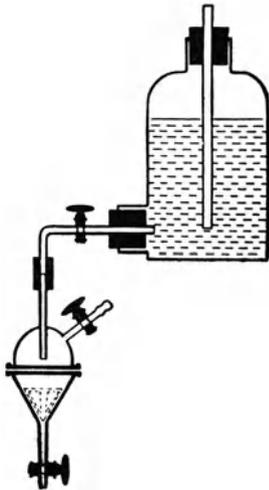


Abb. 141.
Selbsttätige Filtration.

Bei offenem Hahn am Stielrohr des Trichters bringt man den Niederschlag auf das Filter. Man fettet den Deckelrand mit Vaseline, setzt den Deckel auf den Trichter, befestigt ihn mit drei verkürzten Wäscheklammern und verbindet das Zulaufrohr am Deckel durch den Gummischlauch mit dem Ablaufrohr des mit Waschflüssigkeit (bzw. zuerst mit der zu filtrierenden Flüssigkeit) gefüllten Vorratsbehälters (MARIOTTEsche Flasche). Bei offenem Niveauhahn am Deckel und geschlossenem Ablaufhahn am Trichterstiel läßt man soviel Flüssigkeit langsam zutropfen, bis das gewünschte Niveau, etwas unterhalb der Oberkante des Papierfilters, erreicht ist. Hierauf wird der Deckelhahn geschlossen, wodurch das Zutropfen der Waschflüssigkeit fast sofort aufhört. Jetzt öffnet man den Ablaufhahn am Trichterrohr vorsichtig, so daß die Flüssigkeit langsam unten abtropft und unter Einhaltung des Niveaus in genau gleichem Tempo oben zuläuft. In dieser Weise, also bei langsamem Tropfen und gelindem Überdruck, wird die dichte Auflage des Papierfilters nicht gestört.

Man vergewissert sich nach einiger Zeit, ob das Niveau konstant bleibt. Wenn ausnahmsweise nicht, so prüft man erst die Dichtigkeit des Planschliffandes. Dann untersucht man, ob das Filter undicht anliegt. Ist dies der Fall, stellt man die Waschflüssigkeit ab, öffnet den Niveauhahn und läßt das Filter unten auslaufen. Dann dichtet man den oberen Rand des Filters vorsichtig mit einem Glasstäbchen gegen die Trichterwand und nimmt die selbsttätige Arbeit wieder auf.

C. Filtrieren unter vermindertem Druck (Absaugen).

Das Absaugen ist eine Schnellfiltration, die darauf beruht, daß durch das Vorhandensein eines luftverdünnten Raumes unterhalb des Trichters eine Druckdifferenz erzeugt wird. Da der Außendruck nun dauernd trachtet, diese Druckdifferenz auszugleichen, der Druck unter dem Trichter durch ständiges Abpumpen der Luft jedoch immer niedrig erhalten wird, kommt eine Saugwirkung zustande.

1. Erzeugung des luftverdünnten Raumes (Vakuum). a) Mit Hilfe der Wasserstrahlpumpe.

Prinzip: Wasser strömt aus einem engen Rohr in einen er-

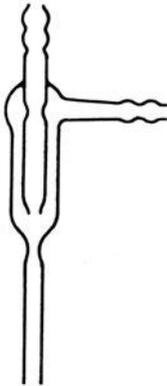


Abb. 142. Wasserstrahlpumpe.

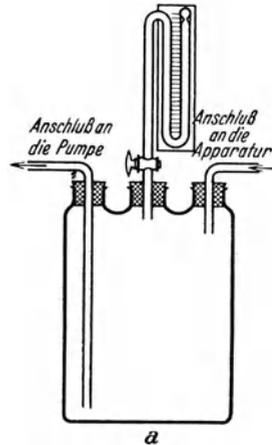


Abb. 143. Vorschaltflasche.

weiterten Raum, der mit der Außenluft in Verbindung steht. Dabei tritt eine Saugwirkung auf und das schnell strömende Wasser reißt die Luft mit sich.

Die Wasserstrahlpumpe kann an jede Wasserleitung mit genügend starkem Druck (2 bis 3 at) angeschlossen werden. Der Anschluß wird mit starkwandigem Druckschlauch (mit Gewebeeinlage) ausgeführt und außerdem mit starkem Kupferdraht durch Umwickeln und Festmachen gegen ein Wegreißen der Pumpe bei zu hohem Wasserdruck gesichert. Die Anschlußstellen der Pumpe sind wellig ausgeführt, um ein besseres Festhalten des Schlauches zu ermöglichen, außerdem kann sich die Drahtumwicklung in diesen Vertiefungen besser festhalten. Man soll mehrere einzelne Drahtringe anbringen (keine mehrfache Wicklung!) und die Enden verdrillen und umbiegen.

Mittels einer Wasserstrahlpumpe kann ein Vakuum von 10 bis 14 mm Quecksilbersäule (der normale Luftdruck beträgt 760 mm) erzeugt werden.

Die Ausführungsform der Pumpen ist verschieden (Abb. 142). Die gläserne Wasserstrahlpumpe wird infolge der Bruchgefahr oft durch eine solche aus Metall ersetzt.

Schaltung der Wasserstrahlpumpe: Beim Arbeiten mit Vakuum soll stets zwischen die betreffende Apparatur, in der die Vakuumoperation vorgenommen werden soll, und die Pumpe eine Vorschaltflasche (dickwandige Flasche mit Tuben, WULFFSche Flasche) eingeschaltet werden. Diese dient einerseits als Vakuumreservoir und schützt andererseits gegen das manchmal eintretende Zurückschlagen des Wassers, wenn sich der Wasserdruck plötzlich ändert oder die Pumpe durch Hineingeraten von Verunreinigungen (Eisenteilchen aus der Wasserleitung) plötzlich versagt. Sie wirkt auch als Schutz gegen das Einsaugen von Flüssigkeit in die Vakuumleitung. Zweckmäßig verwendet man eine dreifach tubulierte Flasche, die auch das Manometer und einen Entlüftungshahn trägt. Das Verbindungsrohr mit der Pumpe soll fast bis zum Boden der Flasche reichen, wodurch eventuell zurückgeschlagenes Wasser automatisch wieder herausgesaugt wird (Abb. 143). Gegen das Zurückschlagen des Wassers sichert man sich auch durch Anbringung eines Rückschlagventils zwischen der Pumpe und dem Verbindungsrohr der Flasche (siehe S. 41).

Operationen im Vakuum soll man nie unbeaufsichtigt lassen.

b) Zur Erzeugung eines höheren Vakuums und für den Transport größerer Luftmengen genügt die Wasserstrahlpumpe nicht mehr. Die für diesen Zweck am häufigsten verwendeten Pumpen sind rotierende Kapselpumpen.

Solche Pumpen werden in verschiedener Bauart ausgeführt. Ihre Wirkungsweise soll an Hand der rotierenden Ölluftpumpe der Firma Arthur Pfeiffer, Wetzlar, erläutert werden (Abb. 144a und b).

Durch die Drehung des Kolbens *a* wird der Pumpenraum *b* mittels der gegeneinander gefederten Schieber *c* in Saug- und Druckkammer geteilt. Das zu fördernde Gas tritt durch das Saugrohr *d* ein, wird durch den Kolben weitergeführt, komprimiert und schließlich über das Ventil *e* durch die Ölschicht *f* in den Auspuffraum *g* und von hier in die Atmosphäre bewegt. Das Ventil *e* steigt und fällt im Arbeitstakt der Pumpe. Durch geeignete Kanäle wird Öl in den unter dem Ventil *e* liegenden schädlichen Raum *h* geleitet.

Das verwendete Öl darf nur unwesentliche Gas- und Dampfspuren in den Pumpenraum abgeben. Das Endvakuum dieser

Pumpe beträgt 0,1 bis 0,01 mm Quecksilbersäule je nach der Bauart. Durch Vorschaltung einer Wasserstrahlpumpe oder einer zweiten Luftpumpe kann man ein bedeutend höheres Vakuum erzielen, weil dann die zweite Pumpe nicht mehr gegen die Atmosphäre, sondern gegen das Vakuum der vorgeschalteten Pumpe arbeitet.

Die Pumpen werden mit oder ohne Wasserkühlung gebaut; bei Pumpen, die ganz mit Öl gefüllt sind, ist eine Wasserkühlung nicht unbedingt nötig.

Es ist darauf zu achten, daß keine harten Fremdkörper in

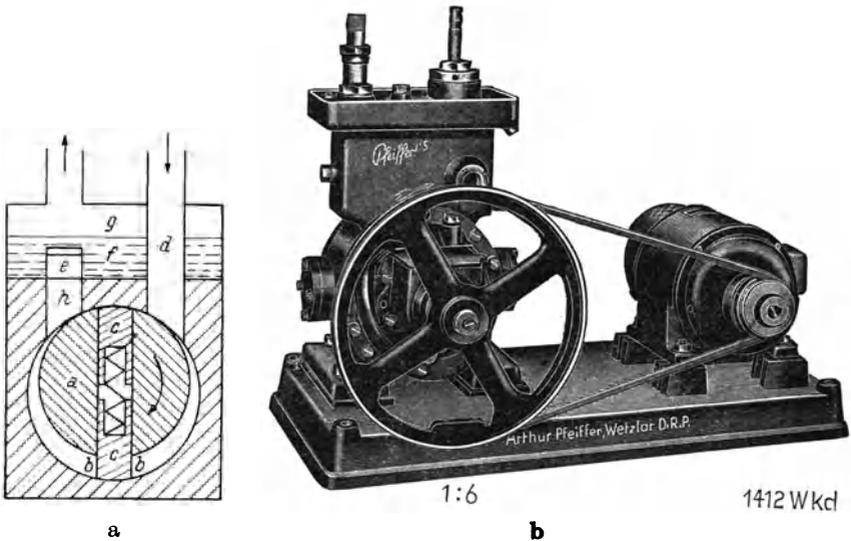


Abb. 144.

a Wirkungsweise der rotierenden Kapselpumpe, b Ansicht einer rotierenden Kapselpumpe.

die Pumpe gelangen. Das Öl muß ausgezeichnete Schmierfähigkeit besitzen, die Viskosität des Öles bei der Arbeitstemperatur soll 5° Engler nicht unterschreiten.

Die Saugleistung einer Pumpe hängt im wesentlichen von der Größe des Pumpenraumes und der Umdrehungszahl des Kolbens ab. Angetrieben wird die Pumpe durch einen Motor.

Diese Pumpen arbeiten ungefähr 15mal rascher als eine gute Wasserstrahlpumpe.

Prinzipiell gleich wie die Kapselpumpe ist die Schwingkolbenpumpe gebaut. Da während des Ganges ständig Frischöl zugeführt wird (keine bleibende Ölfüllung), eignet sie sich besonders zum Absaugen von Lösungsmitteldämpfen.

c) Zur Erzeugung eines Hochvakuums dienen Quecksilberpumpen. Bei der VOLMERSchen Quecksilberdampfstrahlpumpe wird das Hochvakuum durch strömenden Quecksilberdampf erzeugt, während das Vorvakuum meist mit Hilfe einer Wasserstrahlpumpe hergestellt wird, welche die durch den Quecksilberdampf abgesaugte Luft abführt. Das erzielte Vakuum beträgt 0,001 mm Quecksilbersäule bei geringer Saugwirkung.

2. **Filteriergefäße.** a) GOOCH-Tiegel sind Porzellantiegel mit einem siebartig durchlöcherten Boden, auf den eine Schicht gesiebter, fasriger Asbest, welcher sorgfältig mit heißer konz. Salzsäure und Wasser gereinigt sein muß, aufgebracht wird. Darauf kommt eine Siebplatte aus Porzellan und schließlich eine dünne Schicht aufgeschlämmter Asbest (Abb. 145). (Einzelheiten darüber siehe TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie, 2. Teil: Quantitative Analyse.)



Abb. 145. GOOCH-Tiegel.



Abb. 146. WITTSches Plättchen.

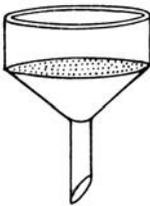


Abb. 147. BÜCHNER-Trichter.

Ein so hergerichteter Tiegel kann auch gegläht werden. Zu diesem Zweck befestigt man ihn in einem größeren Porzellantiegel mit einem Asbestring, so daß zwischen Boden und Wandungen der beiden Tiegel genügend Spielraum vorhanden ist, erhitzt erst langsam und schließlich auf dem Gebläse.

Statt des Porzellantiegels wird vorteilhaft ein ebenso gebauter Platintiegel Verwendung finden.

An Stelle des Asbestfilters kann in den GOOCH-Tiegel ein aus Filtrierpapiermasse hergestellter passender Filtereinsatz eingelegt werden, der sich nach dem Befeuchten durch vorsichtiges leichtes Andrücken an die Wandungen anlegt (Abb. 127, S. 100).

Die GOOCH-Tiegel sind fast vollständig durch die Glas- und Porzellan- oder Platintiegel verdrängt.

b) Um die Filtration in einem gewöhnlichen Trichter vorzunehmen, wird in diesen ein WITTSches Plättchen (das ist ein durchlöchertes Porzellanplättchen) eingelegt (Abb. 146). Es gibt auch Trichter, in denen dieses Plättchen fest mit dem Trichter verbunden ist.

c) BÜCHNER-Trichter oder Nutschen (Abb. 147) aus Porzellan besitzen einen gelochten Siebboden, auf den das Papierfilter oder das Filtergewebe aufgelegt wird. Sie haben eine ziemlich große Saugfläche, zeigen aber den Nachteil, daß der Raum unterhalb der Filterscheibe für die Reinigung nur schwer zu-

gänglich ist. Das aufgelegte Filter wird mit der Waschflüssigkeit angefeuchtet und durch kurzes Ansaugen auf die Filterplatte gedrückt, so daß es auf ihr gleichmäßig anliegt. In neuerer Zeit bringt die Firma Schott & Gen., Jena, durchsichtige BÜCHNER-Trichter mit Schlitzsiebplatte aus Jenaer Glas in den Handel. Bei diesen liegt das Papierfilter vollkommen dicht auf der Siebplatte, die oben plan geschliffen ist, auf.

Für Säurefiltrationen können in die Porzellannutschen passende Steinfilterplatten eingesetzt werden. Näheres siehe im Kapitel „Filtermaterial, Steinfilter“, S. 100.

d) Jenaer Glasfiltergeräte. Die Filterplatten der Glasfiltergeräte bestehen aus gekörntem und gesichtetem Glas, das in entsprechenden Formen gesintert wird. Für die meisten Zwecke ist die Dicke der Platte so gewählt, daß ein Druckunterschied von etwa 1 at von den Platten ausgehalten wird. Sie haben gegenüber anderen Filtergeräten den Vorteil, daß sie durchsichtig sind, rasche Filtration gewährleisten und große Trocknungsgeschwindigkeit besitzen. Sie sind gegen heißes Wasser und kochende Säuren unempfindlich.

Neue Geräte müssen mit heißer Salzsäure und Wasser gut gewaschen werden, um etwaige Glassplitter und Staubteilchen sicher zu entfernen. Der Boden der Glasgeräte ist eben, erst Filter von 90 mm Durchmesser aufwärts besitzen der höheren Beständigkeit und Druckfestigkeit halber einen gewölbten Boden.

Die Geräte werden, je nach ihrem Verwendungsgebiet, mit verschiedener Porenweite geliefert.

Die Jenaer Glasfiltergeräte sind mit einem Buchstaben zwischen zwei Zahlen gekennzeichnet. Die erste Zahl gibt die Form und Größe des Gerätes an. Der große Buchstabe bedeutet die Glasart, z. B.

- G* Jenaer Geräteglas 20,
- D* Jenaer Duranglas,
- N* Jenaer Normalglas 16^{III} und
- B* Quarzglas.

Die letzte Zahl bezieht sich auf die Filterplatte und bezeichnet die Körnung. Der Buchstabe *P* an das Ende der Bezeichnung angefügt, bedeutet Filterplatte plan geschliffen und poliert. Bei solchen Geräten kann der Niederschlag leichter von der Filterplatte abgenommen werden.

Z. B. ein Tiegel der Form 1 aus Jenaer Geräteglas, etwa 30 mm Plattendurchmesser, Korngröße 3, ungeschliffen, trägt die Bezeichnung 1 *G* 3.

Vor dem Jahre 1925 war eine andere Bezeichnung der Korngröße in Gebrauch:

Jetzige Bezeichnung	Frühere Bezeichnung
1	2—3
2	3—5
3	5—7
4	< 7

Tabelle der mittleren Porenweiten der Glasfiltergeräte.

Bezeichnung der Korngröße	Mittlerer Porendurchmesser in Mikron	Anwendungsgebiet
00	200—500	} Gasverteilung in Flüssigkeiten bei geringem Gasdruck.
0	150—200	
1	90—150	
2	40—90	Filtration ganz grober Niederschläge, Gasverteilung in Flüssigkeiten, in Extraktionsapparaten für grobkörniges Material, als Unterlage für lose Filterschichten gegen gelatinöse Niederschläge.
3	15—40	Präparative Arbeiten mit vielen kristallinen Niederschlägen.
4	5—15	Präparative Arbeiten mit vielen feinen Niederschlägen; analytische Arbeiten mit mittelfeinen Niederschlägen; als Filter für die Zellstoffchemie; Feingasfilter; in Extraktionsapparaten für feinkörniges Material.
5	1—1,5	Analytische Arbeiten mit sehr feinen Niederschlägen (Bariumsulfat, Cuproxyd).
		Bakterienfiltration; allerfeinste Gasverteilung in Flüssigkeiten bei sehr hohen Drucken.

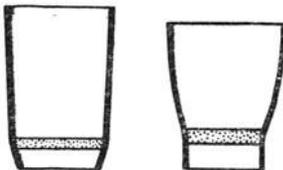


Abb. 148. Jenaer Glasfiltertiegel.
Form 1 und 10.

Formen der Jenaer Glasfiltergeräte:

I. Glasfiltertiegel (Abb. 148), besonders geeignet für Niederschläge, die bis zur Gewichtskonstanz getrocknet werden müssen. Wichtig ist die Auswahl der richtigen Porengröße des Filters. Filter mit der Korngröße 4 filtrieren sicher klar, wenn der Niederschlag in der zu filtrierenden Flüssigkeit nicht dauernd in Schwebelag bleibt. Die Fällung dringt dann auch nicht in die Poren der Filterplatte ein. Von der Lieferfirma (Schott & Gen., Jena) sind die einzelnen Formen mit den Ziffern 1, 1 b, 2 und 10 bezeichnet.

2. Glasfilternutschen, die den Porzellannutschen entsprechen.

3. Filtrierröhrchen (Abb. 149), die zur Filtration von Niederschlägen im Gasstrom dienen.

4. Eintauchnutschen (Abb. 150) für die sog. umgekehrte Filtration. Diese sind dann anzuwenden, wenn ein klares Filtrat, aber nicht der Niederschlag benötigt wird. Man läßt den Niederschlag absitzen und saugt darüber weg das klare Filtrat durch das Filter.

Reinigung der Glasfiltergeräte:

Mechanisch geschieht dies durch Rückspülung an der Wasserleitung (Abb. 151).

Die chemische Reinigung richtet sich nach dem enthaltenen Niederschlag. Man verwendet dazu:



Abb. 149.
Filtrierröhrchen.
Form 15a.

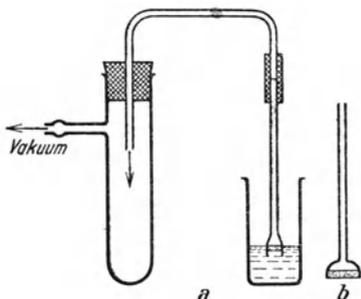


Abb. 150. Eintauchnutsche mit Filterstäbchen (umgekehrte Filtration).

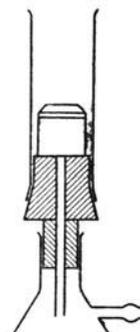


Abb. 151. Reinigung der Glasfiltertiegel.

für Fett	Tetrachlorkohlenstoff,
„ Eiweiß	heißen Ammoniak oder Salzsäure,
„ organische Stoffe	heiße Schwefelsäure mit Natronsalpeter,
„ Kupferoxyd	heiße Salzsäure und Kaliumchlorat,
„ Bariumsulfat	heiße konz. Schwefelsäure,
„ Silberchlorid	Ammoniak oder Natriumthiosulfat.

Man mache es sich zur Regel, alle Glasfilter stets sofort nach dem Gebrauch sorgfältig zu reinigen, dann sind sie jederzeit verwendungsbereit und sehr lange haltbar.

e) An Stelle von Glasfiltern dienen auch Porzellangeräte mit poröser Filterplatte den gleichen Zwecken. Sie sind ebenfalls sehr widerstandsfähig gegen chemische Angriffe, auch für starke Laugen gut geeignet. Bei den Tiegeln ist der Boden etwas erhöht eingesetzt. Die Geräte sind glühbeständig.



Abb. 152. Saugflasche.

3. Auffanggefäße. Als solche dienen *Saugflaschen*. Das sind konische, starkwandige Flaschen mit seitlichem Ansatzrohr (Abb. 152).

4. Anordnung einer Filtration. Das Ablaufrohr des Vorstoßes oder der Nutsche muß unterhalb des Saugstutzens der Saugflasche enden, da sonst das Filtrat teilweise in die Leitung gesogen werden könnte.

Die Schlauchverbindung zwischen Saugflasche und Vorschaltflasche, bzw. zwischen letzterer und der Pumpe wählt man starkwandig (Vakuumschlauch), damit der Luftdruck sie nicht zusammenpreßt. Handelt es sich aber um niedrig siedende Filtrate, ist unter Umständen doch ein dünnwandiger Schlauch vorzuziehen, der als selbsttätiges Ventil wirkt und übermäßiges Verdunsten des Filtrats verhütet.

Nach dem Abfließen des Filtrats ist, ehe man die Pumpe abstellt, die Verbindung dieser mit der Saugflasche zu unterbrechen, da sonst bei Verwendung einer Wasserstrahlpumpe Wasser aus der Pumpe in die Saugflasche steigt.

Das Lüften des Schlauches an der Saugflasche hat auch nach Abstellen des Vakuums langsam zu geschehen, um ein Reißen des Filters oder ein Heben desselben durch den plötzlichen starken Luftzutritt zu verhindern.

Befestigung der Filtergeräte in der Saugflasche.

a) *Tiegel.* Glasfilter- und GOOCH-Tiegel werden mit Hilfe einer „Tulpe“ mit der Saugflasche verbunden. Diese besteht aus einem gläsernen Vorstoß, in den ein Gummiring einpaßt. In letzteren wird der Tiegel eingesetzt (Abb. 153a).

Behelfsmäßig genügt ein größeres Stück weiten Gummischlauches, welches teils über den auf den Vorstoß aufgesetzten Tiegel und teils über den Vorstoß selbst gezogen wird (Abb. 153b).

b) *Nutschen.* Die Befestigung von Nutschen kann entweder mit Hilfe eines durchbohrten Gummistopfens oder rascher durch eine einfache, dicke, durchbohrte Gummiplatte, die sich beim Absaugen von selbst fest anzieht, bewerkstelligt werden.

Für kleine Flüssigkeitsmengen stellt man in die Saugflasche ein Reagenzglas, in das die Flüssigkeit direkt hineinlaufen kann.

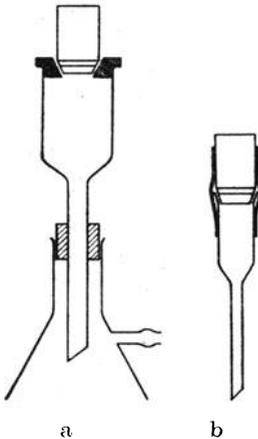


Abb. 153 a und b. Befestigung des Tiegels.

5. Durchführung der Filtration. a) Bei Anwendung von

Tiegeln. Filtration nach vorhergegangener Dekantation ebenso wie beim Filtrieren durch einen gewöhnlichen Trichter.

b) Bei Anwendung von Nutschen. Nachdem nach eventuell vorangegangener Dekantation die gesamte Menge des Niederschlages so auf das Filter gebracht wurde, daß es nie „trocken saugen“ konnte, d. h. daß während der Filtration nie ein vollständiges Durchsaugen stattfinden konnte (rechtzeitiges Aufgießen; das Durchsaugen von Luft ist an dem dadurch verursachten Rauschen sofort hörbar), wird die Waschflüssigkeit in derselben Weise aufgebracht. Die angesaugte Masse wird mittels eines abgeplatteten Glasstabes oder eines flachen Glasstöpsels festgedrückt, bzw. die entstandenen „Risse“ im Filterkuchen (durch die die Waschflüssigkeit hindurchfließen würde, ohne ihre Aufgabe zu erfüllen) durch Verstreichen mit einem Spatel verschmiert, um möglichst viel Mutterlauge (Filtrat) zu entfernen. Vor dem letzten Auswaschen wird das Vakuum abgestellt und die Saugflasche belüftet, der Filterkuchen mit der Waschflüssigkeit durchfeuchtet und erst nach einiger Zeit wieder angesaugt. In manchen Fällen wird es sich sogar als notwendig erweisen, die Masse vom Filter abzunehmen, mit Waschflüssigkeit in einer Reibschale gut zu verreiben und erneut abzusaugen.

Beim Waschen mit heißem Wasser ist es angezeigt, die Saugflasche zuvor durch Eingießen von warmem Wasser anzuwärmen, um ein Springen während der Filtration zu vermeiden.

Für Substanzen, die nur sehr langsam filtrieren und sich auch mit heißem Wasser ebenso langsam auswaschen lassen, ist es zweckmäßig, ständig mit wenig heißem Wasser zu waschen. Man kann so verfahren, daß man durch einen verkehrt übergestülpten Trichter aus einem Dampfwicklungskolben ständig Dampf auf die Nutsche leitet.

Hochsiedende Lösungsmittel können aus dem Filterkuchen in manchen Fällen durch Auswaschen mit einem niedrig siedenden Lösungsmittel verdrängt werden (Beispiel: Verdrängen und Auswaschen des Nitrobenzols mit Methylalkohol; Bedingung ist natürlich, daß der Niederschlag in der niedrig siedenden Flüssigkeit unlöslich ist). Letzteres läßt sich dann durch Trocknen leicht aus der Substanz entfernen.

c) Entfernung des Niederschlages vom Filter. In den meisten Fällen wird der Niederschlag erst nach dem Trocknen vom Filter, beispielsweise durch Abkratzen, entfernt. Das Abtrennen des feuchten Niederschlages vom Filter nennt man „Abklatschen“. Die Nutsche samt Inhalt wird mit dem Nutschenhals nach oben auf eine Glasplatte oder einen Teller gestellt und kurz in den Hals eingeblasen, so daß das Filter samt dem Filterkuchen auf die Unterlage fällt. Das Filter, welches nun obenauf liegt, kann dann mühelos vom Niederschlag abgehoben werden,

vorausgesetzt, daß der Nutschkuchen einen bestimmten Feuchtigkeitsgehalt besitzt. Bei zu scharfem Absaugen (Filter haftet dann zu fest an) muß das Filter durch Aufspritzen von wenig Waschflüssigkeit angefeuchtet werden. Ist der Feuchtigkeitsgehalt dagegen zu groß (z. B. beim Filtrieren durch einen gewöhnlichen Trichter), wird das Filter auf einer Platte oder in einer Schale ausgebreitet (Niederschlag zwischen Filter und Platte) und durch Betupfen mit trockenem Filterpapier vom überschüssigen Wasser befreit, um ein glattes Abziehen des Filters vom Niederschlag zu ermöglichen.

6. Absaugen kleiner Substanzmengen. In einen kleinen Glasrichter wird ein dünner, plattgedrückter Glasstab (mit einer Scheibe von etwa 0,5 bis 1 cm Durchmesser) eingesetzt. Zur Filtration dient eine passende Scheibe Filtrierpapier, die an Trichter und Plättchen angelegt und nach dem Befeuchten mit dem betreffenden Lösungsmittel mit Hilfe eines Glasstabes angedrückt und festgesaugt wird (Abb. 154).

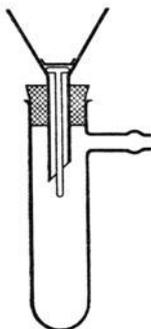


Abb. 154.
Absaugen
kleiner Sub-
stanz-
mengen.

Für kleinste Substanzmengen, z. B. zur Befreiung weniger Kristalle von der Mutterlauge oder zur Entfernung zähflüssiger oder schmieriger Verunreinigungen, bewährt sich ein *Aufstreichen auf Ton*. Die poröse Tonplatte saugt die Mutterlauge auf. Um die Tonstücke wieder verwenden zu können, glüht man sie (am besten im elektrischen Ofen) aus.

7. Absaugen großer Substanzmengen. Für diesen Zweck dienen *Saugtöpfe* (Abb. 155).



Abb. 155.
Saugtopf.

Saugtöpfe sind zylindrische Steinguttöpfe mit aufgeschliffener Siebplatte. Die Töpfe tragen zwecks Verbindung mit der Pumpe am oberen Rand, unterhalb der Siebplatte und manchmal auch zum Ablassen des Filtrats dicht über dem Boden einen Tubus.

Rand, unterhalb der Siebplatte und manchmal auch zum Ablassen des Filtrats dicht über dem Boden einen Tubus.

D. Filtration durch Überdruck.

1. Am einfachsten geschieht das „Abpressen“ derart, daß man die Masse in ein Preßtuch einschlägt, das Ganze in eine Presse legt und den Druck allmählich steigert. Die Masse wird zum Auswaschen nochmals mit der Waschflüssigkeit angeteigt und das Auspressen wiederholt.

2. Die Drucknutsche hat den Vorteil, daß sie eine in sich geschlossene Apparatur darstellt. Sie besteht aus einem Druckfaß, aus dem durch Eindrücken von Luft das Filtergut auf die

geschlossene Nutsche gedrückt wird, wo die Filtration stattfindet. Diese Methode wird hauptsächlich dann angewandt, wenn es sich um die Filtration gesundheitsschädlicher Stoffe handelt, oder wenn das Filtrat aus einem Lösungsmittel besteht, welches zurückgewonnen werden soll.

3. Weniger Raum beanspruchen die Filterkerzen. Sie haben die Form eines Hohlzylinders mit geschlossenem Boden. Das Filtrat muß die Wandungen von außen nach innen durchdringen, steigt im Hohlraum des Kerzenzylinders hoch und wird oben abgeführt, während sich die abgetrennte Verunreinigung an der Außenwand der Kerze absetzt. Zur Reinigung der Filterkerzen wird Lösungsmittel in umgekehrter Richtung durchgepreßt.

4. Für größere Leistungen dienen die Filterpressen (Abb. 156 und 157).

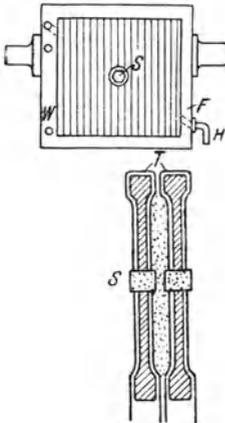


Abb. 156. Kammerpresse.

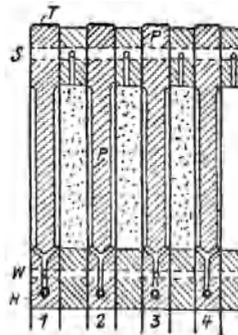


Abb. 157. Rahmenpresse.

Eine Reihe von Platten ist an waagrechten, parallelen, eisernen Tragspindeln nebeneinander aufgehängt und mit Filtertüchern *T* überzogen. Mehrere solcher Platten werden zwischen zwei Kopfstücken, von denen das eine beweglich ist, zusammengepreßt. Zwischen je zwei Platten entstehen Hohlräume durch die erhabenen Ränder der Platten (bei den Kammerpressen) oder durch Hohlräumen, die zwischen die Platten *P* geschaltet werden (bei den Rahmenpressen). Die Dichtung der Hohlräume erfolgt bei Kammerpressen durch Druck von Tuch gegen Tuch, bei Rahmenpressen von Tuch gegen Rahmen.

Wirkungsweise: Die Kammern oder Rahmen werden durch einen Füllkanal *S*, der bei Kammerpressen fast immer in der Mitte der Platte, bei Rahmenpressen immer am Rande liegt,

unter Druck gefüllt. Die Hohlräume füllen sich an, unter dem Druck tritt das Filtrat durch die Tücher, fließt hinter diesen durch Rillen herunter und läuft durch den Kanal *F* zu dem Ablaufhahn *H*. Das Waschen geschieht so, daß man durch den Kanal *W* Wasser eintreten läßt, das bei jeder Platte mit ungerader Nummer hinter dem Tuch hochsteigt, dann den Kuchen in seiner ganzen Dicke durchfließt und bei den Platten mit gerader Nummer durch den Hahn abfließt. Dabei sind also alle Hähne der Platten mit ungerader Nummer verschlossen.

Zum Entleeren wird die Presse geöffnet und ausgepackt. Der Rückstand fällt bei Kammerpressen meist von selbst heraus, bei Rahmenpressen kann er mit dem Rahmen herausgehoben werden.

Ausführung der Filterpressen in Holz oder Eisen.

Die *Laboratoriumsfilterpressen* (Abb. 158) sind zumeist bereits mit einem Druckfaß und einer Handluftpumpe kombiniert. In das Druckfaß wird die zu filtrierende Flüssigkeit eingefüllt und mittels Druckluft in die Filterpresse gedrückt. Ein Druckfaß ist ein geschlossenes Gefäß mit einem bis zum Boden reichenden

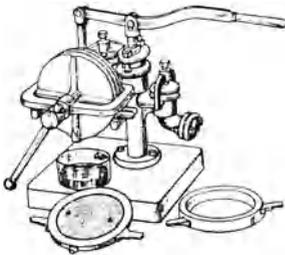


Abb. 158. Laboratoriumsfilterpresse.

Steigrohr zum Herausdrücken der Flüssigkeit, ferner einem Anschluß für die Druckluft und einem Hahn zur Entlüftung. Für größere Pressen wird die Druckluft aus Kompressoren entnommen.

E. Abschleudern.

Die Trennung von Niederschlag und Flüssigkeit kann auch mit Hilfe von Zentrifugen vorgenommen werden.

Für größere Flüssigkeitsmengen dienen die sog. *Schleudertrommeln* oder *Sebzentrifugen*, die aus einer siebartig durchlochtem Trommel und einem diese umgebenden Mantel bestehen.

Das Filtergut wird in die Trommel (möglichst gleichmäßig) eingefüllt und dieselbe durch Handbetrieb oder mittels Motors in Umdrehung versetzt. Infolge der Flieh- oder Zentrifugalkraft wird die Masse am Filtertuch, mit dem die Siebtrommel bezogen ist, angepreßt, während die Flüssigkeit hindurchgeht und sich im Mantel ansammelt, aus dem sie abfließt.

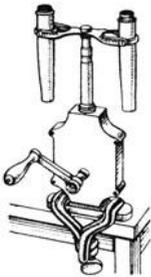


Abb. 159. Sedimentierzentrifuge.

Bei den *Sedimentierzentrifugen* (Abb. 159) setzt sich der infolge der Drehung nach außen geschleuderte Niederschlag am Boden des Zentrifugengefäßes fest, von dem man dann die überstehende Flüssigkeit vorsichtig abhebern oder abgießen kann.

Solche Laboratoriumszentrifugen bestehen aus zwei oder vier beweglichen Metallhülsen, die sich beim raschen Drehen in eine horizontale Lage stellen. In den Hülsen stecken passende Glasröhrchen. Der Antrieb erfolgt durch eine Handkurbel. Wichtig für den guten Gang der Zentrifuge ist die gleichmäßige Beschickung der Röhrchen.

Diese Zentrifuge ist auch für die Trennung von Emulsionen geeignet, denn sie ergibt eine sehr rasche Trennung der beiden Flüssigkeiten nach dem spezifischen Gewicht.

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

BÜHLER: Filtrieren und Pressen, 2. Aufl. 1923.

TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1941.

BILTZ: Ausführung quantitativer Analysen. 1930.

SCHLEICHER und SCHÜLL: Filtration im chemischen Laboratorium, 3. Aufl. 1936.

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

„Hütte“, Taschenbuch für den praktischen Chemiker, 2. Aufl. 1927.
Druckschriften der Firmen: Arthur Pfeiffer, Wetzlar; Schott & Gen., Jena; Greiner & Friedrichs, Stützerbach; Büngeler & Co., Düren; Macherey, Nagel & Co., Düren.

12. Hilfsoperationen bei analytischen Arbeiten.

1. Auflösen fester Substanzen auf chemischem Wege. Beim Auflösen fester Substanzen auf chemischem Wege, z. B. in Säure, sind größere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten als beim Lösen eines Stoffes in Wasser. Es kann hierbei Gasentwicklung eintreten, die zu Verlusten führen kann (Mitreißen von Lösung). Arbeitet man in einem Becherglas, muß dieses mit einem Uhrglas bedeckt werden. Zum Entweichen eines entstehenden Gases hängt man über den Rand des Becherglases ein kleines gebogenes Glasstabstück, damit das Uhrglas nicht unmittelbar auf dem Becherglasrand aufliegt.

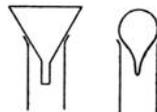


Abb. 160.
Bedecken
des Kolbens.

Besser eignen sich Kolben mit engem Hals und Aufsetzen eines Trichterchens oder eines Kugelrohres (Abb. 160). Vom Uhrglas,

Trichter oder Kugelrohr lassen sich die bei der Gasentwicklung mitgerissenen Flüssigkeitsteilchen leicht in das Analysengefäß zurückspülen.

2. Aufschließen unlöslicher Substanzen. Die feinstgemahlene Substanz wird mit dem im Tiegel befindlichen Aufschlußmittel (fünf- bis sechsfache Menge) durch Verrühren mit einem dünnen Glasstab oder einem Platindraht vermischt und das Gemisch noch mit etwas reinem Aufschlußmittel bedeckt.

Nun wird der mit einem Deckel verschlossene Tiegel langsam erhitzt, damit zuerst das enthaltene Wasser entweichen kann und hierauf die Temperatur allmählich gesteigert; 10 bis 15 Minuten sind in den meisten Fällen ausreichend. Die Beendigung der Reaktion ist nicht immer leicht erkennbar. Bei der Sodaschmelze z. B. findet nach Beendigung, auch nach Zugabe neuer Soda keine Kohlendioxydentwicklung mehr statt, bei anderen Schmelzen wiederum erkennt man die Beendigung an dem vollständigen Klar- und Durchsichtigwerden der flüssigen Schmelze.

Als Aufschlußmittel kommen in Betracht: Soda, ein Gemisch von Soda-Salpeter, festes Ätznatron, Soda + Schwefel, Soda + Kaliumchlorat, Kaliumbisulfat, Kaliumpersulfat, Natriumsuperoxyd („Verpuffung“ im Nickeltiegel) je nach der aufzuschließenden Substanz.

Das Schmelzen wird in Tiegeln aus Platin, Porzellan, Quarz oder Nickel vorgenommen. (Angabe der Analysenvorschrift beachten!).

Flüssige Aufschlußmittel (rauchende Salzsäure, Brom-Eisessig) werden als „Lösungsmittel“ angewendet. Der Aufschluß erfolgt dann in Bechergläsern, Kolben oder Schalen. Bei Anwendung von Salzsäure wird fast immer nach längerem Stehen zur Trockene eingedampft.

3. Auflösen erstarrter Schmelzen. a) Leichtlösliche Schmelzaufschlüsse. Man gießt über den in einer Schale liegenden Tiegel Wasser, der Deckel wird mit der Tiegelszange gefaßt und gesondert abgespritzt. Ist der Schmelzkuchen im Tiegel zerfallen, hebt man den Tiegel mit einem Glasstabhaken aus der Lösung, spritzt ihn äußerlich mit Wasser ab, faßt ihn mit der Hand und reinigt ihn durch Ausspritzung des Inneren vollkommen.

b) Schwerlösliche Schmelzaufschlüsse (z. B. eine Sodaschmelze im Platintiegel).

Man schreckt die glutflüssige Schmelze ab, indem man zum Schluß den kalten Luftstrom des Gebläses gegen den Tiegel richtet oder den heißen Tiegel in kaltes destilliertes Wasser einstellt, wodurch sich der Schmelzkuchen zusammenzieht und sich dann leicht von der Tiegelwandung löst. Die erstarrte Schmelze

kann auch nachträglich gelockert werden, durch nochmaliges starkes Erhitzen des bereits kalt gewordenen Tiegels, so zwar, daß nur die äußeren Teile des Inhalts weich werden, und läßt wiederum erkalten.

Auf keinen Fall darf man einen Platintiegel durch Drücken und Klopfen von der erstarrten Schmelze befreien wollen, da hierdurch der Tiegel rasch unbrauchbar wird.

Nach einem anderen Verfahren wird die noch flüssige Schmelze durch Neigen und Drehen des Tiegels während des Erstarrens über die ganze Innenfläche verteilt, an der sie dann in dünner Schicht fest wird.

Wenn beim Auflösen eine heftige Gasentwicklung eintreten kann, muß das Auflösen beschleunigt werden. Man taucht den Tiegel, den man an einem Doppelhaken aus Glas aufgehängt hat, in ein mit Wasser gefülltes Becherglas. Die entstehende Lösung ist schwer und sinkt zu Boden und neues Wasser kann an die noch ungelöste Substanz treten (Abb. 161).

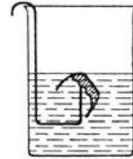


Abb. 161.
Lösen erstarrter
Schmelzen.

4. Fälln. Durch das Fälln entsteht in einer Lösung ein fester Stoff, der Niederschlag, während eine Lösung zurückbleibt (Mutterlauge oder Filtrat). Das Fälln hat stets nach der in der Arbeitsvorschrift angegebenen Methode zu erfolgen, also z. B. in der Kälte, in der Hitze, durch langsame oder rasche Zugabe des Fällungsmittels usw.

Es kann darin bestehen, daß man entweder

a) die Verunreinigung ausfällt oder

b) die Substanz selbst ausfällt und von der Verunreinigung, die in Lösung bleibt, abfiltriert. Aus dem Filtrat kann ein zweiter Bestandteil ausgefällt werden usw.

Die Vollständigkeit einer Fällung hängt von der Schwerlöslichkeit des Niederschlages ab.

Die Form, in der ein Stoff ausfällt, ist maßgebend für eine sichere und vollständige Trennung von der Verunreinigung. Gallertartige Niederschläge schließen dabei oft winzige Tröpfchen Mutterlauge ein oder sie absorbieren sie, d. h. sie halten an ihrer Oberfläche etwas Filtrat zurück.

Die Fällung wird in Bechergläsern, ERLLENMEYER-Kolben oder Schalen vorgenommen. Das Reagens läßt man stets entlang eines Glasstabes in die Flüssigkeit fließen und rührt diese sodann um. Die Gefäße dürfen dabei höchstens bis zur Hälfte mit Flüssigkeit gefüllt sein.

5. Filtrieren. Ausführliches darüber siehe im Abschnitt „Filtrern“ (S. 101).

6. Auswaschen von Niederschlägen. Das Waschen eines Niederschlages muß stets im frischen, feuchten Zustand vorgenommen und in der Regel so lange fortgesetzt werden, bis der auszuwaschende Stoff im Filtrat nicht mehr nachgewiesen werden kann. Meist wird das Waschen nach viermaligem Aufgießen der Waschflüssigkeit beendet sein, oft aber muß man auch weit häufiger, 10- bis 20mal, aufgießen. Es ist besser, mit kleinen Mengen Waschflüssigkeit häufiger, als mit großen Mengen weniger häufig zu waschen.

Man soll aber nicht nur den löslichen Stoff beim Auswaschen vollständig entfernen, sondern dies mit möglichst wenig Waschflüssigkeit zu erreichen versuchen, weil kein Niederschlag als vollständig unlöslich bezeichnet werden kann und somit ein zu großer Überschuß an Waschflüssigkeit Verluste ergeben kann. Die Menge der Waschflüssigkeit hängt stets von der Natur des zu waschenden Niederschlages ab.

Gelatinöse Niederschläge erfordern mehr Waschflüssigkeit als kristalline und pulvrige.

Kristallinische Niederschläge sollen beim Auswaschen nicht aufgespritzt werden, da sie häufig zum „Klettern“ neigen, d. h. sie steigen von selbst auf dem feuchten Filter über den Filterrand auf die Wandung des Trichters empor und bilden somit eine Quelle für Verluste.

Die Waschflüssigkeit wird mittels einer Spritzflasche auf das Filter gegossen, bzw. aufgespritzt. Handelt es sich um gelatinöse Niederschläge, ist darauf zu achten, daß während des Waschens keine „Risse“ entstehen (die Waschflüssigkeit darf also nie vollständig ablaufen), um ein plötzliches Absinken der Waschgeschwindigkeit zu verhindern. Solche schleimige Niederschläge werden auf dem Filter mit einem kleinen Glasstab etwas aufgerührt. Gegen Ende des Waschens trachtet man alle Niederschläge in die Spitze des Filters zu bringen und spült den oberen Filterrand sorgfältig nach. Man läßt die Waschflüssigkeit jedesmal zwar nie ganz, aber möglichst weitgehend abfließen und durchfeuchtet bei jedem neuen Aufspritzen den Niederschlag gründlich. Wenn möglich, wäscht man mit heißem Wasser aus, weil sich der Niederschlag darin rascher absetzt und die Verunreinigungen besser gelöst werden.

Das Filtrat und das Waschwasser sammelt man in einem untergestellten Becherglas, einem Filtrierstutzen oder Kolben, welche so groß sein müssen, daß sie das gesamte Filtrat aufnehmen können. Die letzten Mengen Waschwasser fängt man getrennt auf, um bei einem etwa eintretenden Reißen des Filters oder Trüb-

laufen des Filtrats nicht die ganze Flüssigkeit nochmals filtrieren zu müssen.

Wenn die Möglichkeit gegeben ist, soll das Auswaschen durch Dekantieren vorgenommen werden, da hierbei jedes Teilchen von allen Seiten von Waschflüssigkeit umgeben ist. Auf dem Filter dagegen läuft das Wasser nur durch eine verhältnismäßig geringe Anzahl der weitesten Kanäle, während die Hauptmenge des Niederschlages dabei ungewaschen zurückbleibt und daher ein längeres Waschen erforderlich ist.

7. Trocknen von Niederschlägen. Niederschläge, die bei einer bestimmten Temperatur getrocknet werden sollen, sammelt man auf einem bei der angegebenen Temperatur getrockneten und dann gewogenen Papierfilter. Vorsicht beim Trocknen, das stets in einem Wägegglas zu geschehen hat, ist nötig, da bei zu hoher Temperatur die Gefahr des Ankohlens des Papierfilters besteht. Geeigneter ist daher die Verwendung eines Glasfiliertiegels für diesen Zweck.

Wenn irgend möglich, umgeht man dieses zeitraubende Trocknen bis zur Gewichtskonstanz und trocknet das Filter im Trichter, den man zum Schutz mit einem befeuchteten Filtrierpapier bespannt, das man auf den Trichterrand aufdrückt und das überstehende Filtrierpapier abreißt. Sodann werden mit einem spitzen Glasstab oder einer Pinzette zwei bis drei kleine Löcher in das überspannte Filter gestoßen (zum rascheren Entweichen der Wasserdämpfe). Der so präparierte Trichter wird nach Entfernung der Wassersäule aus dem Trichterrohr in einen Trockenschrank oder einen geheizten Blechzylinder zum Trocknen eingehängt.

8. Veraschen und Glühen von Niederschlägen. Das trockene Filter wird aus dem Trichter vorsichtig herausgenommen und nun entweder direkt in einen Tiegel gebracht oder zuvor vom Niederschlag getrennt. Zu diesem Zweck wird der Niederschlag auf ein Stück schwarzes (für dunkle Niederschläge weißes) Glanzpapier durch vorsichtiges Drücken des Filters entleert, mit einem Pinsel zu einem Häufchen zusammengekehrt und einstweilen mit einem Trichter bedeckt. Dann erst wird das Filter vorsichtig zusammengefaltet in einen Porzellan- oder Platintiegel gebracht, so daß es möglichst tief darin steckt und keinesfalls über den Rand desselben herausschaut und mit kleiner Flamme, die den Tiegelboden nicht berührt, erhitzt und verkohlt. Das Verkohlen muß langsam und bei niedriger Temperatur geschehen. Falls sich das Filter entzündet, wird abgewartet, bis es von selbst abgebrannt ist (Flamme wegziehen), dann wird stärker erhitzt, bis schließlich das ganze Filter verascht ist. Nun wird der übrige Niederschlag

vom Glanzpapier vorsichtig und vollständig in den Tiegel gebracht (die letzten Reste mit einem Pinsel), erhitzt und endlich geglüht (Brenner oder Gebläse). In manchen Fällen ist es vorgeschrieben, bei halbbedecktem Tiegel, wobei also der Tiegeldeckel nur einen kleinen Spalt offen lassen darf, zu erhitzen und zu glühen. Während des Glühens befindet sich der Tiegel auf einem Dreifuß in einem Tondreieck zuerst gerade, später etwas schief gestellt, um die zur Verbrennung nötige Luft leichter zu strömen zu lassen, wobei aber keine Flammengase in den Tiegel gelangen dürfen. Schließlich wird die Flamme nicht nur auf den Tiegelboden, sondern auch gegen die Tiegelwandungen gerichtet und der Tiegel von Zeit zu Zeit gedreht, wodurch die kohligen Beschläge von seiner Seite wegbrennen. Zum Schluß wird wieder im aufrecht stehenden Tiegel geglüht. Der heiße, aber nicht mehr glühende Tiegel wird im Exsiccator abkühlen gelassen; letzterer wird sogleich nach Einstellen des Tiegels in das Wägezimmer gebracht. Die Wägung kann bei Porzellantiegeln erst nach 30 bis 40 Minuten erfolgen, bei Platintiegeln nach 15 bis 20 Minuten.

Das Glühen muß so lange wiederholt werden, bis Gewichtskonstanz eingetreten ist.

Sollte beim Filtrieren und Auswaschen doch etwas Niederschlag an die Trichterwand gelangt sein, wird er von dieser mit einem kleinen Stückchen aschenfreien Filtrierpapiers abgewischt und dieses Stückchen mit in den Tiegel gegeben.

Wenn es die Art des Niederschlages zuläßt, verascht man das noch feuchte Filter, um Substanzverluste zu vermeiden. Man nimmt mit der Pinzette das noch feuchte Filter aus dem Trichter, schlägt den Filterrand nach der Mitte zu an mehreren Stellen ein, so daß der Niederschlag überdeckt ist und stellt die überall geschlossene Filtertüte mit der Spitze nach oben in den Tiegel. Der Tiegel wird in einem Ton- oder Quarzdreieck zirka 10 cm oberhalb einer kleinen Flamme getrocknet. Nach dem Trocknen senkt man den Tiegel, vergrößert die Flamme etwas und arbeitet, wie bereits beschrieben, weiter.

Es kann ferner empfohlen werden, das vom Niederschlag weitgehend befreite Filter nicht im, sondern außerhalb des Tiegels zu veraschen. Man wickelt um das zusammengelegte Filter einen Platindraht, entzündet das Filter und hält es während des Verbrennens über den Tiegel, in dem sich der vorher abgetrennte Niederschlag befindet. Den Tiegel selbst stellt man dabei auf eine Porzellanplatte oder einen Bogen Glanzpapier, so daß etwa herabfallende Teilchen des Niederschlages oder der Asche nach dem Verbrennen des Filters mit Hilfe einer Federfahne oder eines Pinsels in den Tiegel gebracht werden können.

9. Abrauchen von Niederschlägen. Durch die Einwirkung der Filterkohle werden manche Niederschläge chemisch verändert. Um sie in eine chemisch genau bekannte Form überzuführen, werden solche Niederschläge abgeraucht. Das geschieht jeweils nach dem Abkühlenlassen durch Zugabe von 2 bis 3 Tropfen einer angegebenen Lösung (z. B. konz. Salpetersäure oder Schwefelsäure). Der Niederschlag muß wenig, aber vollständig durchfeuchtet sein. Dann wird mit ganz kleiner Flamme so lange vorsichtig erhitzt, bis keine Dämpfe mehr entweichen, da sonst ein Verspritzen eintreten könnte. Anschließend wird wieder geglüht.

10. Wiederauflösen von Niederschlägen. Ein Wiederauflösen von Niederschlag kommt z. B. dann in Frage, wenn nach der Filtration noch kleine Reste Niederschlag hartnäckig an der Gefäßwandung haften, die sich auch mit Hilfe eines Gummischwamms nicht entfernen lassen. Sie werden in wenig Lösungsmittel aufgelöst und wieder ausgefällt und zu der Hauptmenge des Niederschlages auf das Filter gegossen.

Der häufigere Fall ist der, daß ein Niederschlag, wie bereits erwähnt, größere Mengen des Filtrats eingeschlossen oder absorbiert enthält, die sich auch durch längeres Auswaschen nicht vollständig entfernen lassen. Dann wird der noch feuchte Niederschlag nochmals aufgelöst und erneut ausgefällt („Doppelte Fällung“). Die Hauptsache dabei ist, daß man den Niederschlag in frischem und ungetrocknetem Zustand mit dem Lösungsmittel zusammenbringt.

Sehr leichtlösliche Niederschläge werden unmittelbar vom Filter gelöst. Schwerlösliche Niederschläge spült man mit dem Lösungsmittel möglichst vollständig vom Filter in ein Becherglas, nachdem man das Filter im Trichter mit einem zu einer Spitze ausgezogenen Glasstab durchstoßen hat.

11. Schäumen von Flüssigkeiten. Die bei manchen Reaktionen entweichenden Gase (z. B. Kohlendioxyd) führen in der Flüssigkeit zur Schaumbildung, die so stark sein kann, daß ein „Überschäumen“ eintritt.

Um dies zu verhindern, werden einige Tropfen einer Flüssigkeit, die selbstverständlich den Reaktionsgang nicht beeinflussen darf, auf die Oberfläche getropft, wodurch ein Zusammenfallen des Schaumes bewirkt wird.

Solche Mittel sind für analytische Arbeiten Äther, Amylalkohol oder aus diesem hergestellte Produkte, für präparative Arbeiten außerdem noch Seifenlösung.

Benutzte Literatur:

AUTENRIETH-ROJAHN: Quantitative chemische Analyse, 6. Aufl. 1939.

BILTZ: Ausführung quantitativer Analysen. 1930.

TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1941.

13. Trocknen.

Unter Trocknen versteht man die Entfernung von Wasser oder anderen Flüssigkeiten aus feuchten Stoffen.

1. Trocknen fester Stoffe. Feste Stoffe sollen, soweit dies möglich ist, schon vor dem eigentlichen Trocknen weitgehend von der anhaftenden oder darin enthaltenen Flüssigkeit befreit werden; z. B. durch scharfes Absaugen.

In den allermeisten Fällen ist die zu entfernende Flüssigkeit *Wasser*.

Wasser kann in der Substanz in verschiedener Form vorhanden sein:

1. Als Feuchtigkeit. Diese wird durch Erwärmen auf 105 bis 120° entfernt.

Stoffe, die beim Liegen an der Luft von selbst Wasser anziehen, nennt man hygroskopisch. Die Wasseranziehung kann so weit gehen, daß die Substanzen beim längeren Stehenlassen an der Luft zerfließen. Man macht sich diese Eigenschaft zunutze, indem man derartige Substanzen als Trocknungsmittel für andere Stoffe verwendet.

2. Als Kristallwasser. Dieses wird von verschiedenen chemischen Stoffen zur Kristallbildung benötigt. Es kann erst durch Erhitzen auf etwas höhere Temperatur entfernt werden, wobei eine Zerstörung des Kristallgebildes erfolgt und der Stoff in die wasserfreie Form übergeht.

3. Als chemisch gebundenes Wasser, d. h. der Stoff vereinigt sich mit dem Wasser zu einer chemischen Verbindung, zu einem Hydrat. So entsteht beispielsweise aus gebranntem Kalk und Wasser der gelöschte Kalk $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} = \text{Ca(OH)}_2$.

Das chemisch gebundene Wasser kann nur durch Glühen wieder vollständig entfernt werden, wobei Zersetzung der chemischen Verbindung eintritt.

Durchführung des Trocknens: Die zu trocknende Substanz befindet sich in Schalen, auf Uhrgläsern und bei analytischen Arbeiten in verschließbaren Wägegläsern oder zwischen aufeinandergeschliffenen und durch Spangen zusammengehaltenen Uhrgläsern.

a) Das Trocknen bei gewöhnlicher Temperatur wird durch Liegenlassen an der Luft erreicht. Diese Art der Trocknung ist dann beendet, wenn die Substanz den gleichen Feuchtigkeitsgehalt besitzt wie die umgebende Luft. Eine weitergehende Trocknung erzielt man durch längeres Einstellen in einen Exsiccator.

Exsiccatoren sind Glasgefäße mit abnehmbarer Haube von verschiedener Form. Der einfachste stellt ein einseitig geschlossenes Rohr dar, dessen Hinterteil das Trockenmittel enthält, und in welches ein Schiffchen mit der Substanz gestellt wird.

Am gebräuchlichsten sind die Exsiccatoren nach SCHEIBLER (Abb. 162) und die Dosenexsiccatoren (Abb. 163).



Abb. 162. Exsiccator nach SCHEIBLER.



Abb. 163. Dosenexsiccator.



Abb. 164. Exsiccator-einsatz.

Der Exsiccator enthält einen Raum (gewöhnlich der untere) zur Aufnahme des Trockenmittels sowie eine Platte

zum Daraufstellen der Gefäße mit den zu trocknenden Substanzen. Der Rand des Exsiccatorgefäßes und der Deckel sind aufeinandergeschliffen; der luftdichte Abschluß wird durch Einfetten der Schliffflächen erreicht. Oben oder an der Seite befindet sich bei manchen Ausführungsformen ein Hahn zum Anschluß an eine Vakuumpumpe, bzw. als Entlüftungshahn zum Ausgleich der Druckdifferenz, die entsteht, wenn heiße Geräte im Exsiccator langsam auskühlen. Wird die einmalige Öffnung des Hahnes oder Lüftung des Deckels nach dem Einstellen des heißen Gerätes unterlassen, kann es geschehen, daß sich der Deckel von selbst plötzlich kurz hebt.

Exsiccatoren, die mit Vakuumanschluß versehen sind, müssen einen gewölbten Deckel besitzen. Bei ihrer ersten Evakuierung müssen die Augen unbedingt durch eine Schutzbrille geschützt sein, wegen der zu großen Gefahr des Platzens. Vakuumexsiccatoren sollen stets mit einem Chlorcalciumröhrchen versehen sein, um beim vorsichtigen Einlassen der Luft vor dem Öffnen diese entsprechend vorzutrocknen. Auf den mittleren Teil des Exsiccators werden Porzellaneinsätze mit mehreren verschieden großen Löchern (zum Einsetzen von Tiegeln und Schalen, Abb. 164) oder selbst angefertigte gläserne Dreifüße gestellt. Auch ein eingelegtes Drahtnetz erfüllt diesen Zweck.

In den Exsiccator, der nicht nur zum Trocknen, sondern auch zum Auskühlen erhitzter Tiegel, zum Aufbewahren von Wägegölchen usw. vor der Wägung dient (Vermeidung der Anziehung von Luftfeuchtigkeit während des Abkühlens),

dürfen nur heiße, keinesfalls aber glühende Geräte gebracht werden.

Ist das Trockenmittel eine Flüssigkeit, so wird zur Vergrößerung der Oberfläche derselben der Boden des Exsiccators mit Glasperlen oder kleinen Glasrohrstückchen beschickt, die ein wenig aus der Flüssigkeit herausragen sollen. Bei festen Trocknungsmitteln werden grobe, poröse Stücke oder Körnchen verwendet, um ebenfalls eine große Trocknungsfläche zu erreichen.

Trocknungsmittel: Konz. Schwefelsäure, ferner (geordnet nach ihrer Wirksamkeit, wobei das letzte das wirksamste ist),

Calciumchlorid kalziniert (gekörnt),

Ätzkali,

Ätzkalk,

Magnesiumperchlorat und

Phosphorpentoxyd.

Auch Natronkalk (das ist mit Natronlauge gelöschter Kalk) wird angewendet, allerdings in der Hauptsache als Schutz gegen das Kohlendioxyd der Luft.

Ein regenerierbares, hochaktives Füllmaterial für Trockentürme und Exsiccatoren ist das *Silica-Gel*. Durch Zusatz eines Farbindikators ist der Sättigungsgrad (und damit die Notwendigkeit einer Regenerierung) sofort zu erkennen. Im aktiven Zustand ist dasselbe blau und schlägt nach fortschreitender Sättigung mit Wasser nach Rosa um. Die Regenerierung erfolgt in einfacher Weise in einem Becherglas durch Erwärmen auf 100 bis 200°.

b) Das Trocknen fester Stoffe wird durch Anwendung von Wärme beschleunigt.



1. Trocknen im *geheizten Exsiccator*. Der Exsiccator besitzt eine eingebaute, elektrisch geheizte Platte, auf der die Gefäße mit den Substanzen stehen.

2. Trocknen im Trockenschrank oder Heizbad.

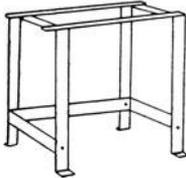


Abb. 165. Gastrockenschrank.

Trockenschränke (Abb. 165 und 166) sind Metallkasten, die von unten mit Gas oder elektrisch geheizt werden und innen mehrere Etagen aus siebartig durchlochtem Blechen besitzen. Von oben reicht ein Thermometer in den Trockenschrank, während durch einen zweiten Stutzen die Feuchtigkeit entweichen kann.

Die Prüfung, ob ein Stoff bereits trocken ist, kann durch Halten einer kalten, trockenen Glasplatte knapp über die Ober-

fläche des aus dem Trockenschrank genommenen heißen Trockengutes erfolgen. Ein leichter Beschlag mit Wasserdämpfen zeigt an, daß die Substanz noch Feuchtigkeit enthält.

Die Eigenschaft, daß der Siedepunkt einer Flüssigkeit vom herrschenden Luftdruck abhängig ist, benutzt man bei der Anwendung der *Vakuumtrockenschranke* (Abb 167). Da der Siedepunkt einer Flüssigkeit im Vakuum beträchtlich niedriger ist als im luftgefüllten Raum, ist diese Methode für die Trocknung leichtzersetlicher und leicht schmelzbarer Verbindungen unerläßlich. Die Tür des Vakuumtrockenschrankes wird durch Gummidichtungen abgedichtet, die

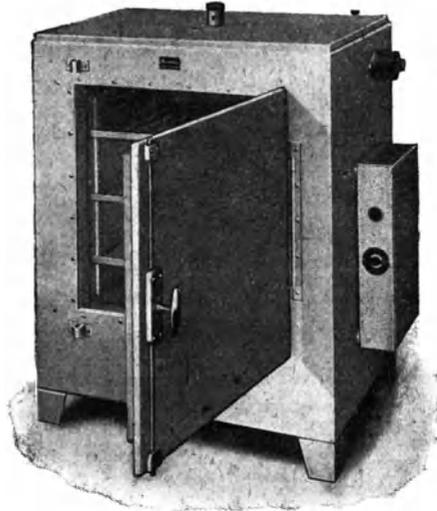


Abb. 166. Elektrisch geheizter Trockenschrank.

Thermometerhülse soll, zur besseren Temperaturübertragung, mit Öl angefüllt sein. Die Substanz wird in den Trockenschrank möglichst weit vom Ende des Absaugrohres eingesetzt, um ein Mitreißen von Substanz beim Evakuieren zu vermeiden.

Trockenschränke können zur Konstanthaltung der Temperatur sog. Temperaturregler besitzen (siehe S. 159).

3. Die Heizung von Exsiccatoren und Trockenschränken kann auch durch strömenden Flüssigkeitsdampf erfolgen.

Solche Trockenschränke sind doppelwandig ausgeführt. Durch den erhaltenen Mantel strömt dauernd Dampf oder siedende Flüssigkeit.

Auch die mit Vakuumanschluß versehenen Röhrenexsiccatoren besitzen einen Mantel zur Aufnahme des Heizdampfes (Abb. 168).

c) Das Trocknen kann auch bewerkstelligt werden durch Überleiten eines trockenen, gegebenenfalls erwärmten Gasstromes, in den meisten Fällen Luft oder bei Substanzen, die durch Luft Veränderungen erfahren könnten, Verwendung eines indifferenten Gasstromes, z. B. Kohlendioxyd oder Stickstoff.

d) Über das Trocknen von Niederschlägen siehe im Abschnitt „Hilfsoperationen bei analytischen Arbeiten“, S. 125.

e) Um aus einer Suspension oder Lösung den festen Stoff durch rasche Trocknung abzuscheiden, verwendet man, angepaßt an den Großbetrieb, auch im Laboratorium kleine Dampfwalzentrockner.

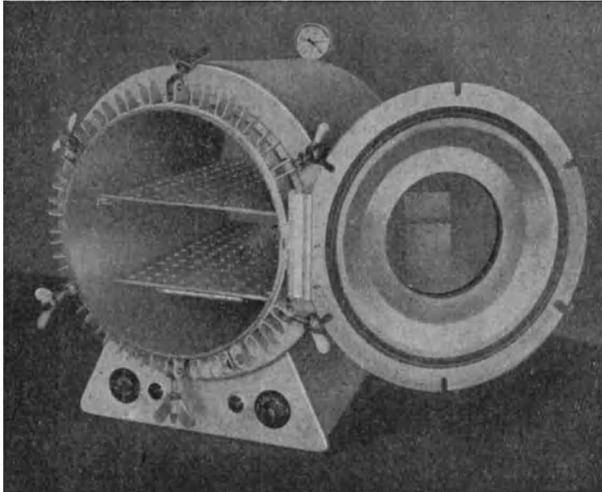


Abb. 167. Vakuumtrockenschrank (Heraeus).

Diese bestehen aus einer sich langsam drehenden Stahlwalze, die von innen mit Dampf geheizt wird und sich durch Eintauchen in die in einer Wanne befindliche Suspension oder Lösung in dünner Schicht damit überzieht, die während der Drehung auf der Walze eintrocknet.

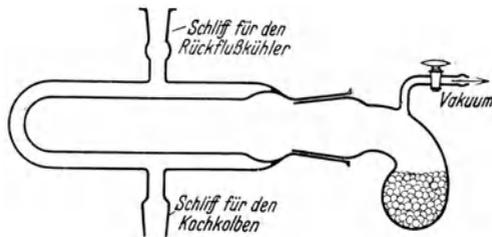


Abb. 168. Röhrenexsiccator zum Trocknen im Vakuum bei höherer Temperatur.

Nach einer halben Umdrehung wird das trockene Material auf der anderen Seite durch ein Messer von der Walze abgekratzt und fällt von dort in einen bereitgestellten Behälter.

2. Trocknen von Flüssigkeiten. 1. Durch Erhitzen der Flüssigkeit über 100° kann sie vom Wasser befreit werden, mit Ausnahme der letzten, oft hartnäckig anhaftenden Reste. Beschleunigen

läßt sich die Trocknung durch Über- oder Durchleiten eines indifferenten, trockenen Gasstromes.

2. Durch *Einstellen in einen Exsiccator* bei geringen Flüssigkeitsmengen. Die Trocknung erfolgt dabei sehr langsam.

3. Durch direkte *Zugabe des Trocknungsmittels* und längeres Stehenlassen mit demselben. Dabei ist ein öfteres Umschütteln von Vorteil.

Nach längerem Stehen (mehrere Tage) wird vom Trockenmittel abfiltriert und die Flüssigkeit anschließend eventuell noch destilliert oder die Flüssigkeit wird mit dem Trockenmittel unter Rückfluß gekocht und schließlich von diesem abdestilliert (z. B. bei der Entfernung des Wassers aus Alkohol wird dieser mit Kalk destilliert).

Trocknungsmittel für Flüssigkeiten: Die Wirkung derselben beruht entweder darauf, daß sie mit Wasser chemisch in Reaktion treten, oder daß sie das Wasser lediglich aufnehmen und mit ihm Hydrate bilden.

Calciumchlorid, gekörnt oder geschmolzen;

Kaliumcarbonat, in wasserfreier Form durch Glühen von reinem Kaliumcarbonat hergestellt;

Ätzkali (Vorsicht!, ist sehr stark alkalisch);

Phosphorpentoxyd (rasche Wirkung);

Natrium, Anwendung in Form von dünnen Scheibchen oder in Drahtform gepreßt. Das in Petroleum aufbewahrte Natrium wird mit Filtrierpapier abgetupft und die äußeren Schichten weggeschnitten (Vernichtung von Natriumabfällen durch Einwerfen in Spiritus, nicht in Wasser!). Natrium eignet sich besonders gut zum Trocknen von Äther, der bereits mit Calciumchlorid vorgetrocknet wurde. Vorsicht beim Arbeiten mit Natrium!

Sehr indifferente Trocknungsmittel stellen die durch Erhitzen entwässerten Salze dar, die sich daher insbesondere zur Trocknung empfindlicher Substanzen eignen. Es kommen in Betracht:

Natriumsulfat, geglühter Gips, Kupfersulfat u. a.

Wichtig ist natürlich, daß das Trockenmittel die zu trocknende Substanz *nicht* verändern darf!

3. Trocknen von Gasen. Das Trocknen von Gasen wird im Abschnitt „Arbeiten mit Gasen“ (S. 197) behandelt.

Benutzte Literatur:

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

14. Erhitzen.

Das Erhitzen eines Stoffes kann vorgenommen werden durch Innenheizung, die aber verhältnismäßig selten ist, oder durch Außenheizung. Für den ersten Fall benötigt man zum Erhitzen von Flüssigkeiten eingebaute Heizschlangen oder eine elektrische Innenheizung, Gase läßt man um einen Heizkörper strömen.

Der für das Laboratorium weit häufigere Fall ist die Außenheizung.

Gase werden fast nur in röhren- oder kugelförmigen Gefäßen erhitzt. Als Heizvorrichtungen dienen Dampf- oder Flüssigkeitsbäder oder ausgehöhlte Metallblöcke.

Flüssigkeiten werden in kleinen Mengen in Reagenzgläsern, größere Mengen in Bechergläsern, Retorten, Kolben, Schalen usw. erhitzt.

Feste Stoffe müssen vorsichtig angeheizt werden, Umkleiden der Außenwand des Gefäßes mit Asbestpapier ist von Vorteil. Verwendet werden Schalen, Röhren, Retorten, Tiegel, Schiffchen (letztere dann, wenn die Operation in einem Rohr vor sich gehen soll).



Abb. 169.
ROSE-Tiegel.

Zum Erhitzen fester Substanzen im Gasstrom dienen ROSE-Tiegel (Abb. 169), d. s. hohe Tiegel aus glasiertem oder unglasiertem Porzellan, die einen durchbohrten Deckel besitzen, durch den ein gebogenes Porzellanrohr in das Innere führt.

Durch dieses Rohr wird das Gas eingeleitet. Statt der ROSE-Tiegel verwendet man für diesen Zweck auch Filtertiegel.

Heizvorrichtungen.

1. Direkte Gasheizung. In den weitaus meisten Fällen handelt es sich um die Verwendung von Leuchtgas.

Leuchtgas wird durch Erhitzen von Steinkohle unter Luftabschluß gewonnen. Dabei entsteht Koks, Gas und Teer. Das Gas wird in großen Behältern (Gasometern) gesammelt und von dort an die Verbraucherstellen durch Leitungen verteilt.

Leuchtgas ist giftig, hat aber einen charakteristischen Geruch, an dem es leicht erkannt werden kann.

Es besteht zum großen Teil aus Methan und Wasserstoff, neben kleinen anderen Beimengungen, wie Kohlenoxyd, Stickstoff, Kohlendioxyd und einigen Kohlenwasserstoffen.

An Stelle von Leuchtgas werden auch andere Heizgase, z. B. Propangas, Blaugas u. a., verwendet. Sie kommen in komprimiertem Zustand (verflüssigt) in Stahlflaschen in den Handel, aus denen sie im Laboratorium bequem entnommen werden können (Verwendung von Reduzierventilen! Sichere Aufstellung der Stahlflasche!).

a) Die Leuchtgasflamme. Leuchtgas verbrennt mit leuchtender Flamme, hervorgerufen durch enthaltene Kohlenwasserstoffe, wie Äthylen, Acetylen, Benzol u. ä. Diese zerfallen beim Erhitzen in Methan und Kohlenstoff, welcher glüht und das Leuchten verursacht. Alle anderen Bestandteile des Leuchtgases brennen mit nichtleuchtender Flamme. Die Stoffe, die im Leuchtgas enthalten sind, wirken reduzierend. Führt man ihm aber Luft zu, so verbrennt der ausgeschiedene Kohlenstoff und die Flamme wird nichtleuchtend.

An der Leuchtgasflamme unterscheidet man den inneren Flammenkegel, in dem keine Verbrennung stattfindet, weil hier eine zu niedrige Temperatur herrscht, und den Flammenmantel, der von brennendem, mit Luft gemischtem Leuchtgas gebildet wird. Die höchste Temperatur herrscht etwas unterhalb des ersten Drittels der ganzen Flammenhöhe, gleich weit von der äußeren und inneren Begrenzung des Flammenmantels entfernt („Schmelzraum“). Innerhalb der nichtleuchtenden Spitze des Flammenmantels liegt der „Oxydationsraum“, knapp über der Spitze des inneren, dunklen Flammenkegels der „Reduktionsraum“.

b) Gasbrenner. Der BUNSEN-Brenner besteht aus einem eisernen Standfuß, mit darauf befestigter Gaskammer, in die seitlich das Gaszuführungsrohr eingeschraubt ist, während sich auf der Oberseite die Gasdüse befindet. Letztere ist umgeben von dem Brennerrohr, das auf dem Brennerunterteil festgeschraubt ist und unten zwei seitlich einander gegenüberstehende Löcher besitzt (Abb. 170). Durch eine drehbare Manschette können diese Zuglöcher mehr oder weniger überdeckt werden, wodurch die Luftzufuhr ganz oder teilweise abgesperrt wird. Durch die Zuglöcher reißt das aus der Düse strömende Gas Luft mit sich und vermischt sich mit ihr auf seinem Wege durch das Brennerrohr. Die erhaltene Flamme zeigt große Temperaturunterschiede, im inneren Kegel etwa 300 bis 500°, außen 1500° und mehr.

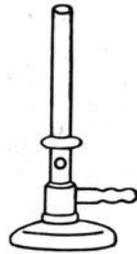


Abb. 170.
BUNSEN-
Brenner.

Eine gleichmäßigere Flamme wird durch den MÉKÉR-Brenner erzielt, bei dem sich das Mischrohr *B* oben konisch erweitert. Seine Mündung ist stark unterteilt, d. h. durch eine dicke, mit rechteckigen Löchern versehene Scheibe *C* abgeschlossen. Dadurch wird eine große Zahl von Flämmchen mit hoher, gleichmäßiger Temperatur erhalten bei verhältnismäßig geringem Gasverbrauch (Abb. 171).

Diese Einrichtung leistet auch gute Dienste gegen das „Zurückschlagen“ des Brenners, das mit dem Entweichen unverbrannter und unangenehm riechender Gase verbunden ist (Vorsicht, heißes Brennerrohr!). Es kann durch einen plötzlichen Luftzug oder durch zu reichliche Luftzufuhr verursacht werden.

Guten Schutz gegen das Zurückschlagen bietet auch ein

„Schornstein“ (Abb. 172), der entweder lose auf einem Stern am oberen Brennerrand aufgesetzt ist oder mit einer Klemmschraube befestigt wird.

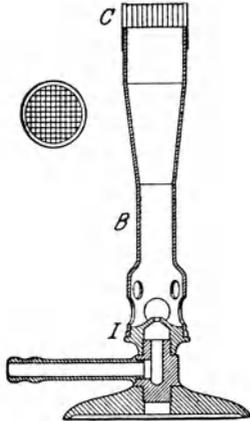


Abb. 171. MEKER-Brenner.



Abb. 172. Schornsteinaufsatz.

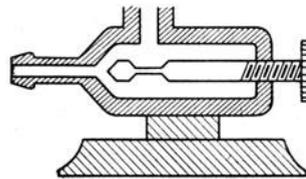


Abb. 173. Regulierschraube am Gasbrenner.

Die Regulierung des Gaszutrittes bei den einfachen Brennern erfolgt durch Anbringung eines Schraubenquetschhahnes am Gaszuleitungsschlauch. Sie kann allerdings auch am Brenner selbst mit Hilfe einer eingebauten Stellschraube vorgenommen werden (Abb. 173).

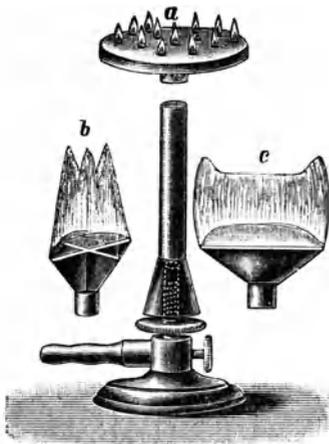


Abb. 174. TECLU-Brenner.
a Pilzaufsatz, b Kreuzbrenneraufsatz, c Schlitzbrenneraufsatz.

Der TECLU-Brenner besteht aus einem unten offenen und trichterförmig erweiterten Brennerrohr, welches feststeht, während sich eine mit geriffeltem Rand versehene Schraube auf der röhrenförmigen Gasdüse auf- und niederschrauben läßt, wodurch die Luftregulierung besorgt wird (Abb. 174). Mit Hilfe dieser Einrichtung kann man die Luftzufuhr bis zur äußersten Grenze steigern; der TECLU-Brenner eignet sich daher für sehr große Hitzegrade.

Ähnlich beschaffen ist der HEINTZE-Brenner.

Zur Verteilung der Flamme auf eine größere Fläche wird auf den BUNSEN-Brenner ein *Pilz-* oder *Kreuzbrenneraufsatz* gesteckt (Abb. 174 a und 174 b).

Bei den sog. *Sparbrennern* befindet sich im Brennerrohr ein zweites dünnes Röhrechen, das nur eine ganz kleine Gasflamme erzeugt. Durch Umklappen eines Hebels kann nun das Brennerrohr ausgeschaltet werden, so daß nur das innere Röhrechen mit der Gaszufuhr verbunden bleibt.

Für größere Gefäße, also zum Beheizen großer Flächen, dienen die *Heizkränze* (Abb. 175) und die *Gaskocher* (Abb. 176). Letztere bestehen aus einem horizontalen Mischrohr, die Brenner-

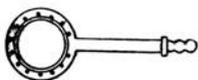


Abb. 175. Heizkranz.

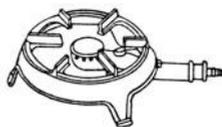


Abb. 176. Gaskocher.

mündung ist tellerförmig gestaltet und zur Flammenverteilung vielfach geteilt durch Anbringung mehrerer Schlitze oder Löcher (im Kreis angeordnet). Unterlegen von Asbestplatten ist nötig, da diese Kocher sehr große Hitze ausstrahlen, die ein leichtes Anbrennen der Tischplatte zur Folge haben kann.

Längere Rohre werden mit Hilfe von *Reihenbrennern* geheizt (Abb. 177). Von einem gemeinsamen Zuführrohr zweigen die einzelnen Brennerrohre ab.

Mikrobrenner dienen zur Erzeugung ganz kleiner Flämmchen. Sie stellen BUNSEN-Brenner kleinsten Formats dar.

BUNSEN-Brenner für andere Heizgase, z. B. Blaugas, Acetylen, Propangas u. a. Zum Unterschied vom Leuchtgas haben diese Gase einen höhe-

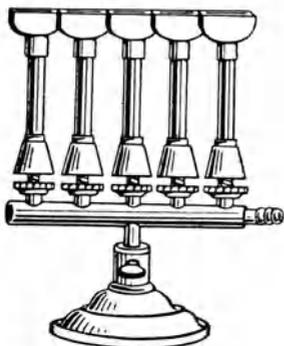


Abb. 177. Reihenbrenner.



Abb. 178. Lötrohr.

ren Kohlenstoffgehalt. Die Düsenöffnungen der Brenner müssen daher verkleinert und die Luftzufuhr muß vergrößert werden.

• Gebläse. Das *Lötrohr* (Abb. 178) besteht aus einem Messingrohr mit einem Mundstück und dient zum Hervorbringen eines Luftstromes.

Das eigentliche *Gasgebläse* wurde bereits im Abschnitt „*Glasblasen*“ (S. 20) beschrieben.

d) *Gasanzünder*. In Verwendung sind die üblichen Geräte mit einem eingesetzten Feuerstein.

Um von einer schon brennenden Flamme, etwa einer Sparflamme, andere Gasbrenner anzuzünden, bedient man sich eines leicht anzufertigenden Hilfsmittels. (Das vielfach übliche Anzünden mit Papierstücken oder Holzspänen ist unschön und unsauber.) An einem Draht, der durch einen Korkstopfen hindurchgeht, wird am unteren Ende, das in ein Pulverglas eintaucht, ein Stückchen Bimsstein befestigt. Im Glas befindet sich Brennspritus. Der Bimsstein ist in stande, genügend Brennspritus in sich aufzunehmen, um damit eine Flamme von einem Heizgerät auf ein anderes zu übertragen.

e) *Wärmeverteiler*. Die direkte Heizung mit freier Flamme, also auch ohne Drahtnetz, ist im allgemeinen nicht üblich und geschieht nur ausnahmsweise beim Erhitzen von Retorten u. ä. Man umgibt aber auch dann das zu erhitzende Glasgefäß vorteilhaft mit Asbestpapier.

Zur gleichmäßigen Verteilung der Wärme auf die ganze Fläche stellt man das Gefäß auf ein *Drahtnetz*, wodurch örtliche Überhitzungen und damit ein Springen des Gefäßes vermieden werden.

Eine noch größere Sicherheit bietet ein mit Asbest versehenes Drahtnetz.

Gegen Luftströmungen schützt man die Flamme durch Einstellen in einen *Turm* aus Asbestpappe oder Blech. Eine solche Anordnung ist besonders zum Destillieren hochsiedender Flüssigkeiten zu empfehlen.

Verwendet werden ferner die *BABO-Bleche*, d. s. umgekehrte

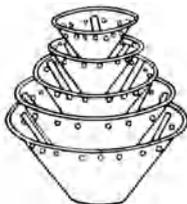


Abb. 179. BABO-Bleche.



Abb. 180. Turmschutz.

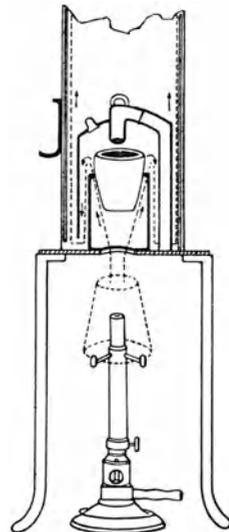


Abb. 181. Gas-Tiegelofen nach HEMPEL.

Kegelstümpfe aus Eisenblech, auf deren Innenwandungen Asbeststreifen radial angeordnet sind und sowohl eine Berührung des

Gefäßes mit dem Blech verhindern als auch den Verbrennungsgasen freien Abzug gestatten (Abb. 179). Um eine konstante Temperatur zu erzielen, wird gleichzeitig ein Asbest- oder Blechzylinder verwendet (Abb. 180).

2. Indirekte Gasheizung. Die Flamme berührt das zu erhitze Gefäß nicht unmittelbar, sondern es befindet sich zwischen Gefäß und Flamme ein wärmeübertragender Stoff, wodurch eine gleichmäßigere Temperatur erhalten wird.

a) Gasöfen. Gasöfen (Abb. 181) dienen zur Erzeugung einer hohen, gleichmäßigen Temperatur. Die häufigste Form ist der Tiegelofen, heizbar durch BUNSEN-Brenner, bestehend aus einem Tonrohr mit Platindreieck zur Aufnahme des Tiegels.

b) Luftbäder. Das einfachste Luftbad besteht aus einer halbkugelförmigen Asbestschale mit zentraler Öffnung zur Einführung des Brenners. Am oberen Rand werden die Heizgase durch eine Anzahl Zuglöcher abgeführt. Bedeckt ist die Schale mit einem Drahtnetz (Abb. 182). Denselben Zweck erfüllen die bereits genannten BABO-Bleche.

Eine sehr gleichmäßige Verteilung der Wärme erzielt man dadurch, daß man über der Heizflamme zwei oder mehrere Drahtnetze, am besten in einem Turm, anordnet.

Die aus Jenaer Glas hergestellten durchsichtigen Luftbäder bestehen aus einem Glaszylinder, einer Bodenscheibe aus Asbest, beide in einem eisernen Stativ gehalten und oben bedeckt von einer geteilten Kopscheibe aus Asbest.

Zu den Luftbädern gehören auch die Trockenschränke, die überall dort verwendet werden, wo es sich um die Einhaltung konstanter Temperaturen durch längere Zeit handelt.

Zum Erhitzen von Substanzen in zugeschmolzenen Röhren unter

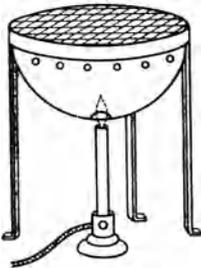


Abb. 182. Luftbad.

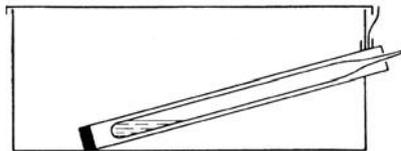


Abb. 183. Schießofen.

Druck auf höhere Temperatur dienen die *Schießöfen* nach *CARIUS*. Das sind vierseitige Kästen aus Eisenblech, mit Schiebetür an der langen Seite und Öffnungen an der Stirnseite, die lose

mit Klappen verschlossen sind. In die Öffnungen passen Röhren, die wiederum zur Aufnahme der gläsernen Bombenröhren dienen und schräg in den Kasten hineingelegt werden. Zur Aufnahme des Thermometers besitzt jeder Kasten eine Blechhülse. Bei Explosion der Glasröhren bildet der Eisenkasten einen sicheren Schutz (Abb. 183).

c) Dampfbäder. Die einfachste Form ist ein zylindrischer oder halbkugelförmiger Topf aus Kupfer, Nickel, Aluminium, innen emailliertem Gußeisen, der gewöhnlich von einem eisernen Dreifuß getragen wird. Auf den Topf paßt ein Satz konzentrischer Einlageringe aus Kupfer oder Porzellan, die einzeln herausgenommen bzw. eingesetzt werden können, je nach der Größe des daraufzustellenden Gefäßes (Abb. 184).



Abb. 184. Wasserbad.

Übelstand: Das Bad kocht mit der Zeit leer und bedarf wegen seines ziemlich großen Wasserquantums einige Zeit, bis es ins Kochen kommt.

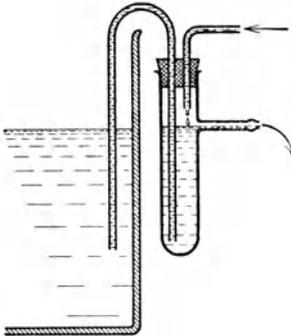


Abb. 185. Niveaualter.

Man mache es sich zur Gewohnheit, an eine Stelle zwischen den

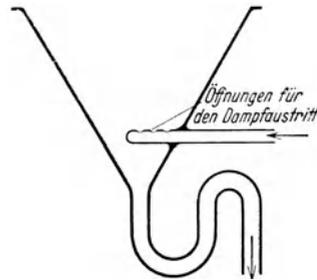


Abb. 186. Dampfbad.

aufgesetzten Glaskolben und den Metallring des Wasserbades ein Stückchen zusammengefaltetes Filtrierpapier zu legen, um ein Festklemmen des Ringes nach dem Erkalten zu verhindern.



Abb. 187. Dampfentwickler.

Zur Vermeidung des Leerkochens können *Niveaualter* am Badgefäß angebracht sein, die an die Wasserleitung angeschlossen werden und einen dauernden Ersatz des verdampften Wassers gewährleisten (Abb. 185).

Ist eine Dampfleitung vorhanden, verwendet man Wasserdampfbäder ohne Wasserbehälter und Heizvorrichtung (Abb. 186). Auch hier wird das Gefäß entweder in den Trichter eingesenkt oder

auf die Ringe desselben gestellt. Ist eine Dampfleitung nicht vorhanden, stellt man sich den Dampf in einem sog. Dampfentwickler selbst her (Abb. 187). Ein Dampfentwickler ist ein Kupfer- oder Weißblechtopf mit Wasserstandsanzeiger, nach oben sich verengend und durch einen Stopfen verschlossen. Durch letzteren führt das Dampfableitungsrohr und das zirka 80 bis 100 cm herausragende lange Sicherheitsrohr, das bis zum Boden des Dampfentwicklers reicht. Das Wasser wird darin zum Sieden erhitzt.

Statt der Wasser- bzw. Wasserdampfbäder aus Kupfer stellt die Firma Schott & Gen., Jena, solche aus Duranglas her, die neben dem Vorzug der Durchsichtigkeit noch den Vorteil haben, daß sie unempfindlich gegen die Dämpfe des Laboratoriums sind und der harte Niederschlag, den das Wasser nach einiger Zeit verursacht, leicht mit Salzsäure herausgelöst werden kann.

d) Flüssigkeitsbäder. Das zu erwärmende Gefäß wird in Töpfe oder Schalen aus emailliertem Eisenblech, die mit der Heizflüssigkeit teilweise angefüllt sind, eingesenkt.

Für Temperaturen unter 100° sind dieselben mit Wasser gefüllt. Durch Anwendung von Rührvorrichtungen im Bad sind damit sehr konstante Temperaturen zu erzielen.

Zum Erhitzen kleiner Gefäße verwendet man an Stelle der undurchsichtigen Metalltöpfe Bechergläser aus widerstandsfähigem Glas.

Badflüssigkeiten: Kochsalzlösung, Chlorcalciumlösung. Diese greifen Kupfergefäße stark an, man muß daher mit innen emaillierten Töpfen arbeiten. Gesättigte Kochsalzlösung siedet bei 108° , gesättigte Chlorcalciumlösung bei 180° .

Glycerin. Verwendbar bis zirka 220° , bei höherer Temperatur beginnt es sich zu zersetzen.

Konz. Schwefelsäure. Bis etwa 280° verwendbar, darüber beginnt sie zu rauchen (Abspaltung von Schwefeltrioxyd). Sie wird in völlig offenen Bädern selten benutzt, häufig dagegen in Schmelzpunktsapparaturen.

Paraffinöl. Für Temperaturen bis etwa 250° geeignet; oberhalb dieser Temperatur raucht es bereits beträchtlich.

Festes Paraffin. Sein Schmelzpunkt liegt bei 30 bis 60° . Verwendbar bis gegen 300° , darüber starke Rauchentwicklung.

Vakuümöle für Ölbäder bis zirka 300° , je nach der Art des Öles. Sie sind dunkel gefärbt und werden bei öfterem Gebrauch schwarz und immer dickflüssiger.

Alle Badflüssigkeiten müssen nach längerer Benutzungsdauer erneuert werden.

Die Temperatur eines Bades muß im allgemeinen 20 bis 30°

höher sein als diejenige der Flüssigkeit, die in ihm zum völligen Sieden erhitzt werden soll.

So empfiehlt es sich z. B., Kolben mit abzudestillierendem Alkohol *in* das siedende Wasser eines Wasserbades zu setzen, weil auf dem Wasserbad, also im Wasserdampf, kein genügend schnelles Destillieren erzielt wird. Kolben mit Äther wird man dagegen stets *auf* das Wasserbad setzen, weil für sie diese Temperatur mehr als ausreichend ist.

e) Bäder mit festem Füllmaterial. Als *Sandbäder* benutzt man Metallschalen mit einer dünnen Sandschicht, auf die das zu erhitzende Gefäß zu stehen kommt. Die Regulierung und Konstanthaltung der Temperatur ist schwierig. Ähnlich ist dies bei Graphitbädern. Vorzuziehen sind Badfüllungen, wie Eisenfeile, Aluminiumspäne usw.

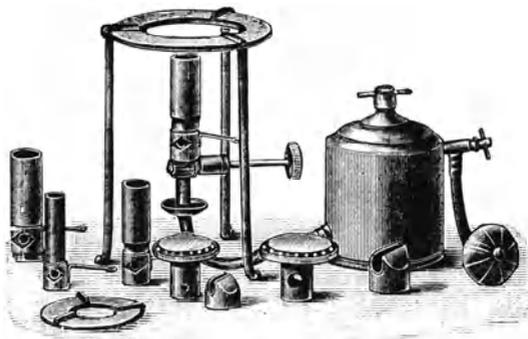


Abb. 188. Benzinbrenner.

Metallbäder gestatten wegen der guten Wärmeleitung die Erzielung gleichmäßiger Temperaturen. Sie enthalten als Badfüllungen Metallegierungen. Man benutzt Eisengefäße von geeigneter Form, meist schalen- oder halbkugelförmig. Die Badfüllung wird zunächst geschmolzen und der Kolben vor dem Eintauchen mittels einer ruhenden Flamme angerußt. Das Metall haftet dann nicht so leicht an und der Kolben kann infolge der langsameren Wärmeübertragung nicht so leicht springen. Es ist zweckmäßig, den Kolben vor dem Wiedererstarren des Metalls aus dem Bad herauszuheben.

Füllungen für Metallbäder:

Woodsche Legierung; Schmelzpunkt 71° .

Sie besteht aus 1 bis 2 Teilen Cadmium, 2 Teilen Zinn und 7 bis 8 Teilen Wismut.

Roosesches Metall; Schmelzpunkt 95° .

Es besteht aus 2 Teilen Wismut, 1 Teil Blei und 1 Teil Zinn.

Für höhere Temperaturen verwendet man Metallgemische aus 1 Teil Blei mit 1 Teil Zinn (Schmelzpunkt zirka 200°) oder reines Blei (Schmelzpunkt 300°).

Bei stark bleihaltigen Legierungen muß man wegen der Giftigkeit der Bleidämpfe unter dem Abzug arbeiten.

3. Benutzung flüssiger Brennstoffe. a) Spiritusbrenner, bestehend aus einem gläsernen Behälter mit Einfülltubus. Durch einen Docht wird der Spiritus der Flamme zugeführt. Sie sind nur noch wenig in Gebrauch.

b) Benzinbrenner, die als Gebläse ausgebildet sind. Das Benzin wird durch Eindrücken von Luft (z. B. mit einem Gummiballhandgebläse) vergast und mit Luft vermischt (Abb. 188).

4. Elektrische Heizung. Siehe im Abschnitt „Arbeiten mit dem elektrischen Strom“, S. 243.

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1941.

Druckschriften der Firma Schott & Gen., Jena. 1941.

15. Kühlen.

Soll ein Stoff gekühlt werden, hat man ganz *allgemein* folgendes zu beachten:

a) Auswahl des Kühlmittels. Diese muß so getroffen werden, daß der Unterschied zwischen der Temperatur des Kühlmittels und der zu kühlenden Substanz nicht zu klein ist. Daher ist es wichtig, bei länger dauernden Operationen das Kühlmittel zu erneuern, bzw. wenn es sich um die Verwendung von Wasser handelt, im fließenden Wasser zu kühlen.

b) Größe der Kühlfläche. Der Kühleffekt ist um so größer, je größer die Kühlfläche ist. Ist eine Vergrößerung der Kühlfläche apparativ unmöglich, so trachtet man, daß die zu kühlende Substanz genügend fein verteilt ist oder die zu kühlende Flüssigkeit bewegt wird, z. B. durch Rühren oder Schütteln.

c) Vermeidung zu rascher Erwärmung des Kühlmittels von außen. Man umgibt das Gefäß, welches das Kühlmittel enthält, mit Wärmeschutzmitteln, z. B. Asbest oder Korkplatten. Gut bewährt sich die Verwendung von zwei ineinandergestellten Bechergläsern, bei denen der Zwischenraum durch Watte ausgefüllt ist.

1. Kühlen fester Stoffe. Feste Stoffe werden durch Einstellen in einen *Kühlschrank* oder durch Einpacken in Eis oder eine Kältemischung gekühlt.

2. Kühlen von Flüssigkeiten. Die Kühlung erfolgt durch Einstellen in ein Wasserbad oder rascher durch Einstellen oder Einhalten in fließendes Wasser.

Soll eine Reaktion unter dauernder Kühlung ausgeführt werden, wird das Reaktionsgefäß in ein zweites Gefäß (Schale, Topf, Becherglas), das ein Kühlmittel enthält, eingesenkt und darin mittels Klammern festgehalten.

Kühlgefäße für sehr tiefe Temperaturen sind die DEWAR- oder WEINHOLD-Gefäße (Abb. 189). Das sind doppelwandige Gefäße, deren Mantel sehr gut evakuiert ist. Der äußere Glas-



Abb. 189. DEWAR-sches Gefäß.

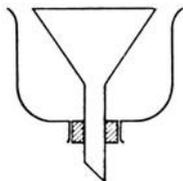


Abb. 190. Eis-trichter.

mantel ist außerdem oftmals innen versilbert (Thermosflasche).

Die Gefäße sind empfindlich, man muß sich hüten, sie innen mit Sand oder Glas zu kratzen, sie schroff abzukühlen, und muß vermeiden, daß das Kühlmittel über den Rand hinwegfließt.

Zum Kühlen während des Filtrierens verwendet man *Eis-trichter*, in die der gewöhnliche Trichter eingesetzt wird. Der Zwischenraum zwischen beiden wird mit dem Kühlmittel angefüllt (Abb. 190).

Als Kühlmittel dient Wasser, Schnee oder fein zerstoßenes Eis, das man gegebenenfalls mit etwas Wasser durchtränkt. Das Reaktionsgefäß wird in das zerstoßene Eis eingebettet.

Das Zerstoßen des Eises wird entweder in einem Mörser oder in großen Steingutschalen durch Zerschlagen mit einem Holzhammer, schließlich auch durch Einschlagen des Eises in ein Tuch und Zerschlagen oder durch Zermahlen in sog. Eismühlen vorgenommen.

Eis ist ein sehr gutes Kühlmittel, besonders dann, wenn es sich darum handelt, möglichst lange bei konstanter Temperatur zu halten, ohne daß eine ständige Beaufsichtigung notwendig ist.

Für Temperaturen unterhalb 0° sind Kältemischungen unentbehrlich. Die gebräuchlichsten Kältemischungen bestehen aus:

100 Teilen Wasser
von Zimmertemperatur + 250 Teilen krist. Calciumchlorid — 8°

100 Teilen Wasser
von Zimmertemperatur + 33 Teilen Salmiak +
33 „ Salpeter — 12°

100 Teilen Wasser von Zimmertemperatur	+	100 Teilen Salmiak	+	
		100 „ Salpeter	-- 25°
100 Gewichtsteilen Schnee oder fein zer- kleinertem Eis	+	33 Teilen Kochsalz	-- 20°
100 Gewichtsteilen Schnee oder fein zer- kleinertem Eis	+	150 Teilen krist. Calciumchlorid		-- 49°

Zur Herstellung noch tieferer Temperaturen verwendet man Kohlensäureschnee (feste Kohlensäure, Schmelzpunkt $-78,8^{\circ}$). Zur Gewinnung desselben wird die Kohlensäurebombe auf ein Gestell schräg abwärts gelegt und die Kohlensäure durch einen einfachen Schlauchansatz in einen Sack (der Sack kann auch direkt an die Bombe angebunden werden) aus festem Leinen oder einen Lederbeutel, der gut befestigt sein muß, scharf einströmen gelassen unter gleichzeitigem, kräftigem Schütteln (Daraufschlagen mit den Händen, an die man Handschuhe gezogen hat, wird als Melken bezeichnet). Durch die rasche Verdunstung eines Teiles der ausströmenden Kohlensäure findet so starke Temperaturerniedrigung statt, daß die Kohlensäure zu einem schneeartigen Pulver erstarrt, das aus dem Beutel bequem ausgeschüttelt werden kann. Vorsicht beim Arbeiten mit fester Kohlensäure, sie kann Brandwunden verursachen!

Dem Kohlensäureschnee fügt man organische Flüssigkeiten zu, wodurch eine verschieden große Temperaturerniedrigung erzielt wird, und zwar mit Aceton -86° , mit Äther -90° .

3. Kühlen von Dämpfen. Dämpfe werden durch Kühler abgekühlt und kondensiert. Die Kühlung kann sein:

a) Innenkühlung. Ein Innenkühler besteht aus einem röhren- oder kugelförmigen, von einem kalten Flüssigkeitsstrom durchflossenen Gefäß, welches so in die Dämpfe hineinragt, daß letztere die kalte Fläche bestreichen müssen und dabei als Flüssigkeit niedergeschlagen werden. Je nach der Anordnung kann das Kondensat in die siedende Flüssigkeit zurückgeleitet (Rückflußkühler) oder in eine Vorlage übergeführt werden (absteigender Kühler).

Der Kühler kann z. B. als Schlangenrohr ausgeführt sein, der in den Kolben eingehängt wird (Abb. 191).

b) Außenkühlung. Die Dämpfe werden durch ein dünnwandiges, gerades oder spiralförmiges Rohr geleitet, welches von einem kalten Flüssigkeits- oder Luftstrom umströmt wird.

Handelt es sich um Luft als Kühlmittel, verwendet man ein

einfaches, langes Rohr, das auf den Kolben aufgesetzt und von der Außenluft umspült wird. Bei der Kondensation hochsiedender Flüssigkeiten bewährt sich die Anwendung eines LIEBIGSchen Kühlers, durch dessen Mantel ein Luftstrom geblasen wird.

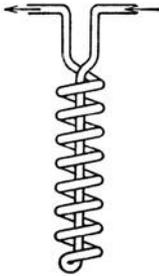


Abb. 191. Einhängenkühler.

Bei der Anwendung von Wasser als Kühlmittel verwendet man stets einen Kühler.

Ein *Kühler* besteht aus einem Rohr, durch welches die Dämpfe bzw. das Kondensat fließen und einen dieses Rohr umgebenden Mantel, durch den die Kühlflüssigkeit strömt.

Beim LIEBIG-Kühler ist das Rohr gerade (Abb. 192), beim Kugelkühler (ALLIHNscher Kühler) besitzt es kugelförmige Erweiterungen (Abb. 193), wodurch eine große Kühlfläche erreicht wird.

In den meisten Fällen werden die Dämpfe im Gegenstromprinzip gekühlt, d. h. Dampf und Kühlflüssigkeit gehen den entgegengesetzten Weg, so daß der noch heiße Dampf bzw. das Kondensat von bereits gebrauchter Kühlflüssigkeit umspült wird, während das schon weitgehend abgekühlte Gas oder Kondensat von frischer, kalter Kühlflüssigkeit umströmt wird, so daß eine vollkommene Kühlung bzw. Kondensation gewährleistet ist. Der Wasseranschluß an den Kühler hat also so zu erfolgen, daß das Wasser im Kühler emporsteigt.

Als absteigenden Kühler verwendet man fast stets LIEBIG-Kühler. Bei Rückfluß wird der Kühler senkrecht oder im Winkel von 45° aufwärts auf das Siedegefäß aufgesetzt, so daß die kondensierte Flüssigkeit



Abb. 192. LIEBIG-Kühler.



Abb. 193. Kugelkühler.

in das Siedegefäß zurückfließen muß. Als Rückflußkühler werden Kugel- und Schlangenkühler (Abb. 194), bei dem Dämpfe und Kondensat einen langen Weg zurückzulegen haben, wodurch der Kühleffekt erhöht wird, verwendet.

Die Kugelkühler nach SOXHLET haben den Vorteil, daß sie nicht so lang sind wie die üblichen Rückflußkühler. In einer Kugel ist eine

zweite, kleinere festgehalten, durch die ein Strom kalten Wassers geleitet wird (Abb. 195).

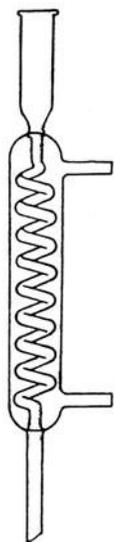


Abb. 194.
Schlangenkühler.

Die Befestigung eines Kühlers geschieht durch Kühlerklammern, deren Greifer man mit einem Stück Gummischlauch überzieht. Um ein Einknicken des Schlauches, was besonders leicht bei alten Schläuchen eintreten kann, zu vermeiden, wird über die Anschlußstelle des Schlauches eine Spirale aus Kupferdraht geschoben, die den Schlauch in der gewünschten Lage erhält, oder man hilft sich so, daß man ein Stückchen starken Drahtes in das Zu- bzw. Abflußrohr für Wasser so einsetzt, daß es noch einige Zentimeter aus dem Rohr herausragt und streift nunmehr den Schlauch über Draht und Rohr. Am vorteilhaftesten sind jedoch Rückflußkühler mit senkrecht abgebogenem Zu- und Abflußrohr (siehe Abb. 193).

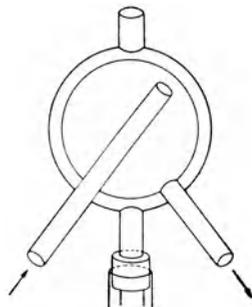


Abb. 195.
SOXHLET-Kühler.

Soll eine Vorlage gekühlt werden, wird diese in einen Trichter eingestellt und durch Berieseln oder Bespülen mit Wasser gekühlt, welches durch den Trichter in den Ausguß geleitet wird.

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

16. Temperaturmessung.

A. Allgemeines.

1. Temperatur. Bei der Berührung eines Körpers hat man eine gewisse Wärmeempfindung (kalt oder warm). Die meisten Körper vergrößern durch Zufuhr von Wärme ihr Volumen, letzteres kann daher als Erkennungszeichen eines bestimmten Wärmezustandes (*Temperatur*) dienen.

Vorrichtungen, bei denen der Volumszustand als Maß für den Wärmezustand benutzt wird, heißen *Thermometer*.

2. Wirkungsweise und Wesen der Wärme. Die Körper zeigen einerseits bei der Erwärmung keine Gewichtszunahme, andererseits läßt

sich durch mechanische Arbeit (Reibung) Wärme erzielen, woraus man schließen kann, daß die Wärme eine Form der Energie ist, und zwar handelt es sich um eine sehr rasche Bewegung der einzelnen Moleküle.

Wird z. B. eine Eisenkugel fortgesetzt erwärmt, so schwingen die einzelnen Moleküle immer rascher und rascher, wobei sich die Kugel immer wärmer und wärmer anfühlt, bis jene Schnelligkeit der Schwingung erreicht ist, bei welcher der erwärmte Körper anfängt, leuchtend zu werden. Er wird zuerst rot- und endlich weißglühend. Erfahrungsgemäß ergeben sich folgende Gluttemperaturen:

Beginnende Rotglut	525°	Gelbglut	1100°
Dunkelrotglut	700°	Beginnende Weißglut . . .	1300°
Hellrotglut	950°	Blendende Weißglut . . .	1500°

3. Wärmemenge. Werden zwei Körper von verschiedener Temperatur miteinander in Berührung gebracht, so gleicht sich ihre Temperatur aus; es ist eine gewisse Wärmemenge vom wärmeren auf den kälteren Körper übergegangen. Als Einheit für die Wärmemenge gilt eine *Kalorie* (Kilogrammkalorie kcal), das ist jene Wärmemenge, die erforderlich ist, um 1 kg Wasser um 1° zu erwärmen. Der tausendste Teil davon ist eine Grammkalorie (kleine Kalorie).

Für die Erwärmung eines beliebigen Körpers wird eine andere Wärmemenge als für die Erwärmung des Wassers notwendig sein. Und zwar wird jene Wärmemenge, die nötig ist, um 1 kg irgendeines Stoffes um 1° zu erwärmen, seine *spezifische Wärme* genannt. Diese ist z. B. für Wasser 1 kcal, für Eisen 0,11 kcal, für Blei 0,03 kcal.

4. Schmelz- und Verdampfungswärme. Das Schmelzen und Verdampfen eines Körpers ist mit einer mechanischen Teilung vergleichbar und bedarf einer fortgesetzten Wärmezufuhr, die nur für das Schmelzen bzw. Verdampfen verbraucht wird und keine Temperaturerhöhung bewirkt. Die für die vollständige Verflüssigung bzw. Verdampfung von 1 kg eines Stoffes während des Schmelzens oder Siedens notwendige Wärmemenge heißt Schmelz- bzw. Verdampfungswärme. Das Schmelzen und Verdampfen geschieht bei den verschiedenen Stoffen bei verschiedenen Temperaturen, den Schmelz- und Siedepunkten der betreffenden Substanzen.

Als Beispiel diene 1 kg Wasser:

Eis hat eine Temperatur von 0°. Durch Zufuhr von rund 80 kcal schmilzt das Eis zu Wasser von 0° und erst bei weiterer Zufuhr von Wärme steigt die Temperatur des Wassers. Zur Temperaturerhöhung von 0° auf 100° müssen 100 kcal zugeführt werden. Der so erreichte Siedepunkt des Wassers bleibt nun bei weiterer Wärmezufuhr unverändert, aber das Wasser verdampft. Die notwendige Verdampfungswärme, um 1 kg Wasser von 100° in Dampf von 100° zu verwandeln, beträgt 537 kcal.

Da die Höhe des Siedepunktes vom herrschenden Luftdruck abhängig ist, bezieht man sämtliche Angaben auf den *Normalsiedepunkt*. Es ist dies der Siedepunkt bei 760 mm Quecksilberdruck (1 at). Auf Bergen ist z. B. infolge des geringeren Luftdruckes auch der Siedepunkt des Wassers niedriger, und zwar errechnet man auf 27,25 mm Luftdruckerniedrigung 1° Erniedrigung des Siedepunktes. Andererseits steigt der Siedepunkt einer Flüssigkeit bei erhöhtem Druck, wovon man beim Arbeiten im Autoklaven Gebrauch macht.

5. Wärmeausdehnung. Durch die Erwärmung dehnen sich die Körper aus, und zwar hat man bei flüssigen und gasförmigen Körpern immer nur mit der Raumausdehnung zu rechnen infolge der leichten Verschiebbarkeit der einzelnen Teilchen, während bei festen Körpern die Volumsausdehnung aus der Längenausdehnung berechnet werden kann.

Zahlenmäßig wird diese Ausdehnung fester Körper durch den Ausdehnungskoeffizienten α angegeben; er bedeutet die Verlängerung, welche die Längeneinheit (1 m) bei der Temperaturerhöhung um 1° erfährt. Er ist z. B. für Platin $\frac{1}{100\,000}$, für Eisen $\frac{1}{80\,000}$, für Glas $\frac{1}{100\,000}$, für Blei $\frac{1}{30\,000}$.

Die Ausdehnung der gasförmigen Stoffe ist größer und regelmäßiger als die der festen Körper und außerdem für alle Gase infolge Mangels jeglichen Zusammenhanges nahezu gleich. Der Ausdehnungskoeffizient α für Gase beträgt $\frac{1}{273} = 0,00367$.

6. Gasgesetze. Jedes in einem Gefäß befindliche Gas steht unter einem gewissen Druck und nimmt ein bestimmtes, durch das Gefäß festgelegtes Volumen ein. Druck und Volumen stehen aber bei den Gasen in einem ganz bestimmten, voneinander abhängigen Verhältnis, und zwar ist unter der Voraussetzung, daß die Temperatur gleich bleibt, das Produkt aus Volumen (V) und dem Druck (p) unter dem das Gas steht, konstant.

$$V \cdot p = \text{konstant (BOYLE-MARIOTTESches Gesetz)}.$$

Das heißt beispielsweise, daß der Druck eines Gases, das man auf ein Drittel seines Volumens zusammendrückt, auf das Dreifache ansteigt.

Bei der Erwärmung eines Gases nimmt bei konstant bleibendem Druck das Volumen desselben zu, und zwar beträgt die Volumszunahme bei der Erwärmung um $1^\circ \frac{1}{273}$ ($= \alpha$) des Volumens bei 0° . Es gilt somit die Beziehung:

$$v_t = v_0 + v_0 \alpha t = v_0 (1 + \alpha t).$$

Darin bedeuten:

v_t das Volumen bei der betreffenden Temperatur t und

v_0 das Volumen bei 0° .

Wird andererseits ein konstantes Volumen eines Gases erwärmt, so steigt der Druck desselben, und zwar pro Grad Temperatursteigerung um $\frac{1}{273}$ des Betrages bei 0°

$$p_t = p_0 + p_0 \alpha t = p_0 (1 + \alpha t),$$

worin

p_t der Druck bei t°

und

p_0 der Druck bei 0°

sind.

Führt man diese Beziehungen in die BOYLE-MARIOTTESche Gleichung ein, so erhalten wir

$$v_t p_t = v_0 p_0 (1 + \alpha t).$$

Um zwei Gase miteinander vergleichen zu können, rechnet man alle Angaben auf *Normalverhältnisse* um. Ein Gas steht unter Normalverhältnissen, wenn es bei 0° unter einem Druck von 760 mm Quecksilber steht.

Wenn wir in dieser Zustandsgleichung statt α den Zahlenwert $\frac{1}{273}$ einsetzen, kommen wir zu folgender Form:

$$v_t \cdot p_t = \frac{v_0 \cdot p_0}{273} \cdot (273 + t).$$

Beziehen wir die allgemeine Zustandsgleichung auf 1 Mol eines beliebigen Gases, so können wir für den Bruch $\frac{v_0 p_0}{273}$ den Buchstaben R und für $(273 + t)$ das Zeichen T setzen.

R ist eine stets gleichbleibende, bestimmte Größe.

Das so verwandelte Gesetz lautet nun:

$$v_t \cdot p_t = R \cdot T.$$

Darin ist T die sog. absolute Temperatur, die aus den um 273 vermehrten Celsiusgraden errechnet wird.

Für die Temperatur $t = -273^\circ$ wird T gleich Null, und es müßte für diese Temperatur der Druck eines Gases nach obiger Gleichung ebenfalls Null werden und jede Molekülbewegung aufhören. Eine noch tiefere Temperatur ist für uns unvorstellbar. Die Temperatur -273° bezeichnet man als absoluten Nullpunkt, der im Experiment bereits bis auf wenige Zehntelgrade erreicht werden konnte.

B. Temperaturmessung.

Zur Temperaturmessung werden gegenwärtig benutzt:

1. Flüssigkeitsthermometer,
2. Dampfdruck- und Gasthermometer,
3. Widerstandsthermometer,
4. Thermoelemente,
5. Optische Thermometer.

1. Flüssigkeitsthermometer. Flüssigkeitsthermometer beruhen auf der Volumsausdehnung einer Flüssigkeit und bestehen meist aus einem Gefäß mit anschließendem engem, zylindrischem Rohr, der sog. Kapillare, die mit der als thermometrischer Substanz dienenden Flüssigkeit so weit gefüllt ist, daß der Flüssigkeitsspiegel bei der zu messenden Temperatur in der Kapillare liegt.

Als solche Flüssigkeiten dienen Quecksilber, Alkohol, Toluol, Petroläther, Pentan.

Temperaturskalen. Die Temperatur wird nach Graden gemessen, und zwar beträgt nach CELSIUS die Volumsausdehnung des Quecksilbers zwischen dem Eispunkt und dem Siedepunkt des Wassers 100° , nach REAUMUR 80° und nach FAHRENHEIT 180° . Bei letzterem ist der Eispunkt nicht mit 0° , sondern mit $+32^\circ$, der Siedepunkt folglich mit 212° bezeichnet.

Zur Umrechnung von $^\circ R$ in $^\circ C$ werden die ersteren mit $\frac{5}{4}$ multipliziert.

Im allgemeinen wird heute *nur nach Graden Celsius* ($^{\circ}\text{C}$) gerechnet.

Quecksilberthermometer. Der Schmelzpunkt des Quecksilbers liegt bei $-38,8^{\circ}$, der Siedepunkt bei $+357^{\circ}$, wodurch der Verwendung des Quecksilbers als Thermometerflüssigkeit Grenzen gesetzt sind.

Über der Quecksilbersäule (das Quecksilber wird durch Auskochen möglichst luftfrei gemacht) befindet sich ein luftleerer Raum, wodurch eine gleichmäßige Gradeinteilung erzielt wird.

a) Formen der Thermometer: *Stabthermometer* (Abb. 196). Die Kapillare ist so dickwandig, daß ihr äußerer Durchmesser zirka gleich dem Gefäße ist. Die Teilung ist direkt auf der Außenseite des Kapillarrohres angebracht.

Einschlußthermometer. Das Gefäß setzt sich in eine feine Kapillare fort. Die Kapillare ist in ein Umhüllungsrohr eingeschlossen, das außerdem noch die eingefügte Skala enthält.

Stockthermometer (Abb. 197). Bei diesen wird die Kapillare auf einige Zentimeter oberhalb des Gefäßes von einem Glasmantel umschlossen, der zirka dem Durchmesser des Gefäßes gleichkommt. Erst oben erweitert sich das Umhüllungsglas

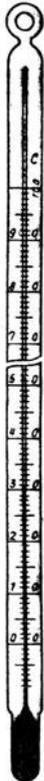


Abb. 196. Stabthermometer.



Abb. 197. Stockthermometer.

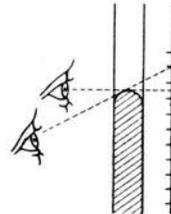


Abb. 198. Thermometerablesung.

und enthält dort, wie bei den Einschlußthermometern, die Skala mit eingeschlossen.

Die Skala muß gut befestigt sein, damit kein Verschieben stattfinden kann (einkitten!).

Die Wahl der Thermometerform richtet sich nach dem Verwendungszweck und der Apparatur.

b) Ablesung. Abgelesen wird an der höchsten Stelle der Quecksilberkuppe. Bei richtiger Ablesung muß das Auge senkrecht zur Thermometerachse über das Ende des Quecksilberfadens gehalten werden. Die Lage der Quecksilberkuppe gegen die Teilstriche muß richtig geschätzt werden. Ablesefehler entstehen durch unrichtige Augenhaltung; ist das Auge zu tief, erscheint die Quecksilberkuppe höher (Abb. 198).

Bei genauen Bestimmungen erfolgt die Ablesung mittels einer Lupe. Letztere kann behelfsmäßig durch einen vor das Thermometer festgeklemmten und mit Wasser gefüllten Kolben ersetzt werden.

c) Fehlerquellen von Quecksilberthermometern. Bei neugekauften Thermometern beachte man, falls kein Eichschein beigegeben wurde, folgendes: Das Gefäß darf nicht schroff in die Kapillare übergehen, die Skala muß sauber geteilt sein. Man prüft den Eispunkt und zwei andere leicht herstellbare Temperaturen. Sind die Abweichungen grob, gebe man das Thermometer zurück.

Die wichtigsten Fehlerquellen eines Quecksilberthermometers sind:

1. *Nachwirkungserscheinungen des Glases.* Bei der Alterung des Glases kommt es zur Kontraktion (Zusammenziehung) und dadurch zum bleibenden Anstieg des Thermometers. Dem wird dadurch vorgebeugt, daß man das Glas künstlich altert, d. h. vor der Eichung einer möglichst hohen Temperatur aussetzt und sehr langsam abkühlt.

Eine vorübergehende Volumsänderung des Glases beobachtet man, wenn man das Thermometer längere Zeit bei einer höheren Temperatur (z. B. 100°) benutzt. Mißt man mit diesem Thermometer gleich darauf z. B. den Eispunkt des Wassers, so ist dieser verschieden, was sich aber nach einigen Tagen wieder gibt.

2. *Der „herausragende Faden“.* Zu erheblichen Fehlern kann die Nichtberücksichtigung des herausragenden Fadens führen. Dieser aus dem erwärmten Raum (Beispiel: aus dem Stopfen herausragender Quecksilberfaden bei einer Destillation) herausragende Quecksilberfaden des Thermometers (kältere Umgebung, daher geringere Ausdehnung, folglich zu niedriger Temperatur) muß bei genauen Bestimmungen durch Rechnung korrigiert werden.

und seine Temperatur während der Messung langsam erhöht (ein kleinster Temperaturintervall pro Minute). Abgelesen wird mit einer Lupe. Die Korrektur für den herausragenden Faden ist gering, wenn gleich viele Grade bei beiden Thermometern herausragen.

2. Mit Hilfe einer Reihe von Fixpunkten (genau feststehenden Temperaturen).

0°, der Eispunkt des Wassers. Man darf nicht Eis unbekannter Herkunft verwenden, sondern muß das Eis aus destilliertem Wasser selbst herstellen und fein schaben. Die verwendete Eis-
masse muß dickbreiig sein.

100°, der Siedepunkt des Wassers. Zur Kontrolle des Siedepunktes hängt man das Thermometer in einen $\frac{1}{2}$ -Liter-Kolben mit langem Hals so ein, daß sich der Quecksilberfaden vollständig im Dampf befindet. Dabei muß jedoch das Quecksilbergefäß mindestens 5 cm von der Oberfläche des siedenden Wassers entfernt sein, um Spritzer zu vermeiden. Selbstverständlich ist die Verwendung von destilliertem Wasser, zu dem reichlich Siederleichterer (z. B. Platintetraeder) zu setzen sind. Zu berücksichtigen ist der herrschende Barometerstand.

Zwischen 0° und 100° dienen beispielsweise folgende Umwandlungspunkte (scheinbare Schmelzpunkte) zum Eichen:

Übergang von $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 10 \text{H}_2\text{O}$ in $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 1 \text{H}_2\text{O}$ 35,20°
Abgabe des Wassers von $\text{Ba}(\text{OH})_2 + 8 \text{H}_2\text{O}$ 77,9°

Als Fixpunkte dienen ferner Schmelz- und Erstarrungspunkte (beim Übergang eines Stoffes aus dem festen in den flüssigen Aggregatzustand und umgekehrt bleibt die Temperatur konstant, solange die feste und flüssige Form nebeneinander vorhanden sind), z. B. Quecksilber — 38,87°, oder Siedepunkte, z. B. Quecksilber + 356,9°, Schwefel + 444,6°.



Abb. 199.
BECKMANN-
Thermometer.

e) Thermometer mit veränderlicher Quecksilberfüllung (BECKMANN-Thermometer). Solche Thermometer, die in Hundertstelgrade geteilt sind, dienen in erster Linie zur Messung von Temperaturdifferenzen innerhalb weniger Grade. Um nun ein und dasselbe Thermometer für die verschiedensten Temperaturen verwenden zu können, muß die Quecksilbermenge im Thermometergefäß vergrößert oder verkleinert werden. Das BECKMANN-Thermometer besitzt zu diesem Zweck ein Quecksilbervorratsgefäß, aus dem je nach Bedarf Quecksilber entnommen werden kann (Abb. 199). Die Kapillare ist am oberen Ende zunächst abwärts-

und dann wieder aufwärtsgebogen, wobei der Mittelteil zylindrisch erweitert ist. Dadurch ist erreicht, daß von dem Quecksilber, das oben in die Erweiterung tritt, leicht ein bestimmter Teil abgetrennt werden kann, und daß der abgetrennte Teil nie von selbst (etwa durch Erschütterungen) in die Kapillare zurücktreten kann.

Die Überführung des Quecksilbers aus dem Hauptgefäß in das Reservegefäß geschieht folgendermaßen: Man erwärmt das Quecksilber, bis es in den oberen Teil des Reservegefäßes eintritt und klopft nun das mit der einen Hand in der Mitte gefaßte Thermometer mit dem oberen (das Reservegefäß enthaltenden) Ende leicht gegen die andere Hand, wodurch die Abtrennung des Quecksilbers stattfindet. Ist eine Wiedervereinigung beabsichtigt, so kehrt man, nachdem man durch Erwärmen des Gefäßes die Hauptmenge des Quecksilbers in die Erweiterung hat treten lassen, das Thermometer rasch um und bringt das abgetrennte Quecksilber durch leichtes Schleudern zum Zusammenfließen mit der Hauptmenge, worauf es beim Abkühlen mit in die Kapillare gezogen wird.

f) Quecksilberthermometer für höhere Temperaturen. Für hohe Temperaturen verwendet man an Stelle von Glas Quarzglas (bis 750°). Der über dem Quecksilberfaden befindliche Raum ist nicht luftleer, sondern mit Stickstoff oder Kohlendioxyd unter Druck gefüllt. Dadurch wird die Verdampfung des Quecksilbers verhindert. Bei Messungen von Temperaturen über 350° besteht wegen der Drucksteigerung des eingeschlossenen Gases stets Explosionsgefahr (Schutzbrille!).

g) Andere Flüssigkeitsthermometer. Zur Messung niedriger Temperaturen ist Quecksilber ungeeignet. Es wird für diesen Fall ersetzt durch Alkohol (zum besseren Sichtbarmachen gefärbt) für Temperaturen bis zirka -60° . Solche Thermometer haben den Nachteil, daß Alkohol die Wände der Kapillare benetzt, wodurch leicht ein zu niedriger Stand vorgetäuscht wird. Andere Thermometerflüssigkeiten sind Pentan und Petroläther bis zu Temperaturen von -180°

2. Dampfdruck- und Gasthermometer. Bei diesen Instrumenten wird meist nicht die Volumsänderung, sondern die Druckänderung von Gasen und Dämpfen bei der Erwärmung gemessen.

Sie dienen für feinste Messungen, werden aber bei den üblichen Laboratoriumsarbeiten selten ver-

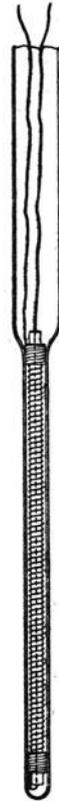


Abb. 200.
Widerstandsthermometer.

wendet, weshalb ihre nähere Beschreibung hier unterbleiben kann.

3. Widerstandsthermometer. Die Widerstandsthermometer beruhen auf der Tatsache, daß der elektrische Widerstand reiner Metalle mit steigender Temperatur zunimmt. Dieser Wert ist bei allen reinen Metallen bei der Erhöhung um 1° nahezu gleich, etwa $\frac{4}{1000}$ seines Wertes bei 0° .

Aus der Größe der Widerstandsänderung eines Leiters kann daher ein Schluß auf die Temperatur desselben gezogen werden. Diese Temperaturmessung ist sehr exakt. Als Material dient Platin (bis 1000°).

Konstruktion (Abb. 200): Der Widerstand besteht aus einem dünnen Draht, der auf eine isolierende Unterlage (Glimmer- oder Quarzglas) gewickelt oder eingeschmolzen ist. Das Thermometer besteht aus einem zylindrischen, unten geschlossenen Rohr aus Glas, Porzellan usw., in dessen unterem Ende sich der eigentliche Widerstand befindet. Von diesem führen Zuleitungsdrähte zu den in besonderen Köpfen untergebrachten Anschlußstellen oder der Platindraht ist in Quarzglas so eingeschmolzen, daß er in engen Windungen dicht unter der Oberfläche des nur wenige Millimeter starken zylindrischen Quarzkörpers hinläuft. Widerstandsschwankungen in den Zuleitungen, die durch Temperaturschwankungen hervorgerufen werden, können dadurch vermieden werden, daß man die Zuleitungen aus gutleitendem, dickem Material (Silber) baut, oder man verwendet Konstantan, bei dem sich der Widerstand mit der Temperatur nur sehr wenig ändert.

Meßmethode. Man stellt sich einen Vergleichswiderstand her, dessen Temperatur während der Messung leicht konstant gehalten werden kann.

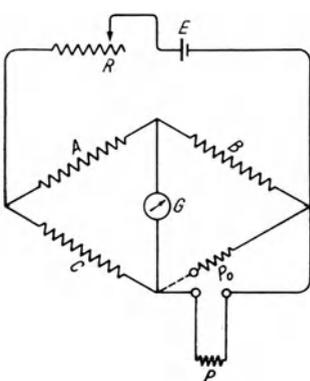


Abb. 201. Meßanordnung des Widerstandsthermometers.

Die Anordnung ist die einer WHEATSTONESchen Brücke (Abb. 201). Das Widerstandsthermometer P bildet einen Zweig der Brücke, deren Zweige A , B und C aus drei gleichen, unveränderlichen Widerständen bestehen. Die Größe dieser Widerstände ist gleich der des Thermometers bei 0° , infolgedessen spielt das Galvanometer G auf Null ein, wenn das Thermometer der Temperatur 0° ausgesetzt ist. Bei anderen Temperaturen ist das Gleichgewicht der Brücke gestört und G zeigt einen Ausschlag an. Dieser Ausschlag ist aber außer von der Höhe der Temperatur auch von der Spannung abhängig, die an der Brücke liegt. Um letztere auf einen konstanten Wert einzustellen, verfährt

man so, daß man an Stelle des Thermometers P einen Ersatzwiderstand P_0 einschaltet und den Vorschaltwiderstand R so lange verändert, bis das Galvanometer auf eine bestimmte Marke einspielt. Arbeitet man mit Wechselstrom, muß statt des Galvanometers ein Telephon eingeschaltet werden.

4. Thermolemente. *Prinzip:* Wird in einem aus verschiedenen metallischen Leitern zusammengesetzten Stromkreis die Verbindungsstelle (Schweißstelle) von zweien dieser Leiter auf eine andere Temperatur gebracht als die aller übrigen, so wird sie dadurch Sitz einer elektromotorischen Kraft (Thermokraft). Aus der Größe dieser Thermokraft kann ein Rückschluß auf die Temperatur der Schweißstelle gezogen werden.

Als Metalle kommen folgende Kombinationen in Betracht:

für mittlere und tiefere Temperaturen:

- 190° bis + 700° Konstantan gegen Kupfer,
- „ 1000° Nickel gegen Nickelchrom;

für höhere und höchste Temperaturen:

- bis 1600° Platin gegen Platin-Rhodium,
- „ 2000° Iridium gegen Iridium-Rhodium,
- „ 3000° Wolfram gegen Molybdän.

(Konstantan ist eine Legierung aus 60% Kupfer und 40% Nickel.)

Das meistverwendete ist das LE-CHATELIER-Element (300 bis 1600°) aus Platin/Platin-Rhodium (mit 10% Rhodium). Es besteht aus 0,6 bis 0,4 mm starkem Draht, die Hauptschweißstelle wird mit dem Leuchtgas-Sauerstoff-Gebläse zusammenschmolzen. Die Genauigkeit beträgt 5°.

Praktische Ausführung (Abb. 202): Zwei lange Metalldrähte werden an einem Ende verschweißt. Dieser Punkt wird an die zu messende Stelle gebracht (Temperatur t°). Die Drähte führen von dort zu einer Stelle konstanter Temperatur (zwei neue Verbindungsstellen mit den Zuleitungsdrähten), und zwar entweder Zimmertemperatur oder für genauere Messungen 0° (durch Eiswasser hergestellt) und von da zum Meßinstrument. Der +.Pol des Elementes muß mit der +.Klemme des Millivoltmeters verbunden sein.

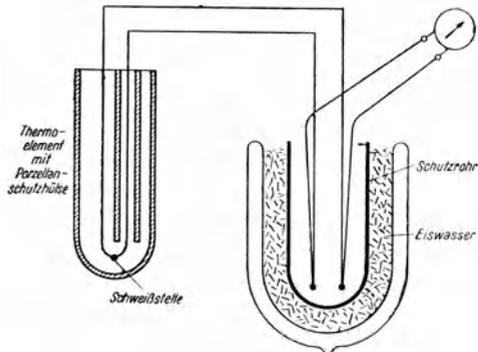


Abb. 202. Thermolement.

Der eine Draht wird gegen den anderen elektrisch durch ein übergeschobenes unglasiertes Porzellan- oder Quarzrohr isoliert und das ganze Element durch ein übergeschobenes glasiertes Porzellanrohr vor Flammgasen und ähnlichem geschützt. Der durch den Temperaturunterschied der beiden Schweißstellen hervorgerufene Strom wird mit einem empfindlichen Galvanometer gemessen, das für praktische Zwecke meist mit einer Skala versehen ist, an der man sofort die Temperatur ablesen kann.

Als Ausschlagsinstrument zur Messung der Thermokraft dient im allgemeinen ein Drehspuleninstrument.

5. Optische Temperaturmessung. Die von einem glühenden Körper ausgesandte Lichtstrahlung ist in ihrer Stärke und Farbe von der Höhe der Temperatur abhängig, die der Körper besitzt.

Zum Unterschied von allen anderen Temperaturmessungen befindet sich das Meßinstrument nicht an dem Ort, dessen Temperatur zu bestimmen ist, sondern es wird z. B. das aus einem glühenden Ofen austretende Licht in einem „Strahlungs-pyrometer“ durch optische Prismen in seine Bestandteile zerlegt und einer davon (ein Rot von bestimmter Wellenlänge) mit dem Licht einer Vergleichslampe verglichen.

Die beiden Gesichtsfeldhälften des Pyrometers zeigen nun verschiedene Helligkeit. Durch Drehen am eingebauten Analysator oder durch Veränderung der Lichtstärke der Vergleichslampe wird nun wiederum auf gleiche Helligkeit des Gesichtsfeldes eingestellt und aus der Drehung des Analysators, bzw. aus der meßbaren Veränderung der Vergleichslichtstärke die Temperatur errechnet.

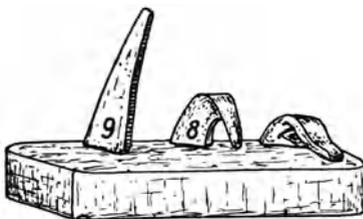


Abb. 203. SEGER-Kegel.

Anschließend sei noch die Temperaturmessung mittels SEGER-Kegels erwähnt. SEGER-Kegel (Abb. 203) sind kleine dreiseitige Pyramiden aus verschiedenen Mischungen von Ton, Quarz und

Feldspat, die an dem Ort des Ofens aufgestellt werden, an dem die Temperatur gemessen werden soll. Bei fortschreitender Hitze erweichen sie und gelten als geschmolzen, wenn die sich neigende Spitze die Unterlage leicht berührt. Die Kegel tragen Nummern, je nach ihrer Schmelztemperatur, und sind geeignet für Temperaturen von 600 bis 2000°.

C. Selbsttätige Regulierung der Temperatur.

Die Einstellung einer genauen Temperatur, bzw. die Nicht-überschreitung einer Höchsttemperatur wird bei der Durchführung vieler Reaktionen gefordert.

An *elektrischen Geräten* (z. B. Trockenschränken) sind Temperaturregler oft bereits durch die Herstellerfirma eingebaut. Sie beruhen darauf, daß zwischen einem Platindraht und einem Quecksilbermeniskus der Stromkreis geschlossen oder unterbrochen wird.

Für *gasgeheizte Apparate*, die nur vorübergehend in Betrieb sind, können die Thermoregulatoren fallweise eingebaut

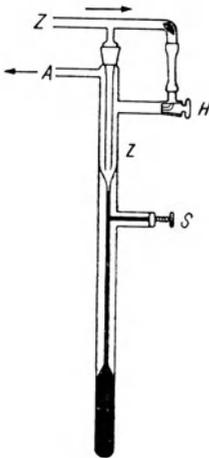


Abb. 204. Thermoregulator nach REICHERT.

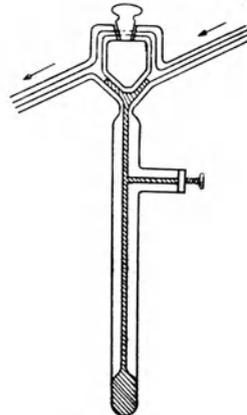


Abb. 205. Thermoregulator mit U-förmigem Gasweg.

werden. Sie beruhen darauf, daß der Gasstrom bei Erreichung der betreffenden Temperatur abgestoppt wird.

Als einfachste Thermoregulatoren könnte man die Schraubensquetschhähne und Regulierhähne bezeichnen. Von den Temperaturreglern, die nach vorgenommener Einstellung keiner ständigen Kontrolle mehr bedürfen, seien zwei einfache hier näher beschrieben, die auf der Ausdehnung des Quecksilbers bei der Erwärmung beruhen. Sie dienen in der Hauptsache zur Temperatureinstellung von Öl- oder anderen Flüssigkeitsbädern.

1. *Thermoregulator nach REICHERT* (Abb. 204). Der Gasstrom verzweigt sich, ein Teil gelangt durch das vertikale, eingeschliffene Rohr ZZ, das unten dicht über dem in der Kapillare stehenden Quecksilber mündet, in die Erweiterung und von hier durch das seitlich angeschlossene Rohr A zum BUNSEN-Brenner. Ein

anderer Teil des Heizgases tritt durch eine kurze Schlauchverbindung und den Hahn *H* in die Erweiterung.

Bei Benutzung des Instruments läßt man die Temperatur des Bades bis auf etwa 2° der gewünschten nahekommen und treibt hierauf durch Schrauben bei *S* das Quecksilberniveau in die Höhe, bis die Flamme sich eben zu verkleinern beginnt, worauf die selbsttätige Regulierung der Flammenhöhe, die man durch Nachstellen von *S* noch genau auf den gewünschten Punkt bringen kann, einsetzt. Sollte das Quecksilber einmal die untere Öffnung von *Z* völlig verschließen, so gelangt durch die Zweigleitung dennoch eine kleine Gasmenge, die durch den Hahn so zu regulieren ist, daß diese „Notflamme“ keinesfalls das Bad auf der gewünschten Temperatur zu erhalten vermag, zum Brenner, um ein vollständiges Verlöschen zu verhindern.

2. *Thermoregulator mit U-förmigem Gasweg* (Abb. 205). Im Prinzip wirkt dieser Thermoregulator ebenso wie der unter 1 beschriebene. Auch hier ist oben eine durch einen Hahn einstellbare Notleitung vorhanden.

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

WEYGAND: Organisch-chemische Experimentierkunst. 1938.

LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien, 5. Aufl. 1923.

GRIMSEHL-TOMASCHEK: Lehrbuch der Physik. 1940.

KÖRNER: Lehrbuch der Physik. 1921.

Druckschriften der Firma Heraeus, Hanau.

17. Charakteristische Temperaturen.

1. **Flamm- und Brennpunkt.** Die Bestimmung des Flamm- und Brennpunktes dient zur Kennzeichnung der Feuergefährlichkeit flüssiger Brennstoffe. Sie beruht darauf, jene Temperatur festzustellen, bis zu der ein flüssiger Brennstoff erwärmt werden muß, damit die entweichenden Dämpfe mit Luft ein explosives Gemisch bilden und zum Entflammen bzw. Brennen gelangen können.

Man benutzt zur Bestimmung einen großen Porzellantiegel (4 cm breit, 4 cm hoch). Er wird bis 1 cm unter den Rand mit dem Öl gefüllt, ein Thermometer eingesetzt und am Sandbad so erhitzt, daß der Temperaturanstieg zirka 4 bis 6° pro Minute beträgt. Während der letzten 15° vor Erreichung des Flammpunktes soll die Temperatur nicht mehr als 3° pro Minute steigen.

Von Zeit zu Zeit wird ein Zündrohr mit ganz kleiner Flamme an den Tiegel gebracht. Das Flämmchen soll 2 bis 3 mm von der Oberfläche des Öles entfernt bleiben. Das Zündrohr ist ein meist an dem Apparat drehbar befestigtes Rohr mit Gaszuleitung, das sich in eine Spitze verjüngt, so daß an dieser nur ein kleines Flämmchen entstehen kann. Behelfsmäßig benutzt man ein Lötrohr, durch das Gas geleitet wird und das man von Hand aus an die Flamme heranbringt. Sobald die Temperatur genügend hoch ist, zeigt ein kurzes Aufflammen der entwickelten Dämpfe den Flammpunkt des Öles an. Unmittelbar daran schließt sich die Bestimmung des Brennpunktes. Diese besteht darin, daß man das Öl so lange weitererhitzt, bis nach der Entfernung der Zündflamme das Öl von selbst weiterbrennt. Diese Temperatur wird abgelesen (Abb. 206). Als Schiedsapparat ist zur Zeit der Apparat nach MARCUSSON gültig. Er besteht aus einem Tiegel von 2 mm Wandstärke und einer lichten Weite von 40 mm bei einer äußeren Höhe von 42 mm mit zwei inneren Strichmarken im Abstand von 10 bzw. 15 mm von der oberen Tiegelkante. Das Sandbad ist durch einen Schirm gegen Luftzug geschützt. Zylinderöle werden bis zur unteren, alle anderen Öle bis zur oberen Marke eingefüllt. Nach jedem Grad Temperaturerhöhung schwenkt man die 10 mm lange Zündflamme auf die Öloberfläche.

2. Stockpunkt (Erstarrungspunkt). Er dient ebenfalls zur Überprüfung flüssiger Brennstoffe.

Man füllt das Öl mit Hilfe einer Pipette in ein Reagenzglas von zirka 4 cm lichter Weite 4 cm hoch an. Das Rohr wird durch einen Kork, durch den ein Thermometer geführt ist, welches so in das Öl taucht, daß das obere Ende der Quecksilberkugel mindestens noch 2 mm unter der Öloberfläche ist, verschlossen. Das Ganze wird in eine Kältemischung gestellt und von Zeit zu Zeit herausgenommen und geprüft, ob das Öl beim leichten Neigen keine sofort sichtbare Bewegung mehr gibt. Dies gilt als der Stockpunkt des Öles.

3. Schmelzpunkt. In der Literatur wird der Schmelzpunkt mit dem Buchstaben *Fp* (Flüssigkeitspunkt) bezeichnet.

a) Als Schmelzpunkt ist jene Temperatur anzusehen, bei der die Substanz nach der Meniskusbildung vollkommen klar und durch-



Abb. 206. Flammpunktsprüfer.

sichtig erscheint. Man nennt einen Schmelzpunkt konstant, wenn er sich durch weitere Reinigung der Substanz (Umkristallisieren) nicht mehr verändern läßt.

Gewisse Substanzen verändern sich beim Schmelzen, man spricht dann nicht von Schmelz-, sondern von Zersetzungspunkten. Ist der Schmelzpunkt unscharf, kann man in vielen Fällen auf das Vorliegen eines Substanzgemisches schließen, da der Schmelzpunkt reiner Substanzen fast immer scharf und eine ganz bestimmte konstante Größe für diese Substanz ist. Unscharf heißt, daß sich das Schmelzen über einige Grade erstreckt. Manchmal (bei unreinen Stoffen öfters) tritt kein Schmelzen, sondern lediglich ein Sintern (Zusammenbacken) ein.

b) Korrigierter Schmelzpunkt. Die größten Fehler bei der Schmelzpunktsbestimmung treten neben dem meist zu raschen Erhitzen durch den sog. herausragenden Faden auf. Um Vergleichswerte zu erhalten, muß daher für wissenschaftliche Zwecke der korrigierte Schmelzpunkt angegeben werden. Die Korrektur für den herausragenden Faden wird errechnet oder nach vorhandenen Tabellen bestimmt (siehe S. 153).

c) Bestimmung des Schmelzpunktes. Die Substanz wird in Kapillarröhrchen, die rein und trocken sein müssen, eingefüllt. Der innere Durchmesser der Röhrchen soll 0,75 bis 1 mm betragen. Man erhält solche passende Kapillaren, wenn man ein zirka 5 mm weites Glasrohr unter fortwährendem Drehen über dem entleuchteten BUNSEN-Brenner bis zum Weichwerden erhitzt und außerhalb der Flamme auszieht. Auf dieselbe Weise können aus einem Glasstab Fäden gezogen werden, die gerade in die Kapillaren einpassen. Beim Abschneiden der Kapillaren ist darauf zu achten, daß eine gerade Schnittfläche entsteht, weil sonst das Einfüllen der Substanz Schwierigkeiten macht. Das eine Ende des Röhrchens wird zugeschmolzen.

Die vollkommen trockene, in einer Achatschale fein zerriebene Substanz wird eingefüllt, indem man durch Eintauchen des offenen Endes in die aufgehäuften Substanz ein wenig davon aufnimmt und dann mit dem Glasfaden auf den Grund des Röhrchens schiebt, sie dort feststampft, und dies so lange wiederholt, bis eine 2 mm hohe Schicht entsteht. Statt des Einstampfens kann man auch so vorgehen, daß man das Röhrchen mit der Substanz durch ein langes Glasrohr frei herunterfallen läßt, wobei sich die Substanz durch den elastischen Aufstoß (den man auch durch vorsichtiges kurzes Stoßen des mit der Hand gefaßten Röhrchens gegen die Tischplatte ausführen kann) von selbst auf dem Kapillarröhrchenboden festsetzt.

Das so vorbereitete Röhrchen wird in den Schmelzpunkts-

apparat gebracht. Beobachtung des Schmelzens am besten mittels einer Lupe.

Vor jeder Schmelzpunktsbestimmung sind unbekannte Substanzen durch Erhitzen einer kleinen Probe auf einem Spatel auf ihr Verhalten zu prüfen (explosive Stoffe!).

d) Schmelzpunktsapparate. Ein einfacher, selbst herstellbarer Apparat (Abb. 207) besteht aus einem Rundkölbchen mit kurzem Hals, in dem sich die Badflüssigkeit befindet. Hinein reicht durch einen auf einer Seite eingekerbten Kork (kleiner Ausschnitt zum Entweichen der durch die Ausdehnung der Badflüssigkeit verdrängten Luft) ein Reagenzglas. In dieses wiederum reicht das Thermometer durch einen ebenfalls eingekerbten Kork (Einkerbung nach vorn, dadurch ist der gesamte Quecksilberfaden sichtbar). An der Thermometerkugel wird das Schmelzpunktsröhrchen mittels eines Platindrahtes, eines schwachen Gummiringes (schwacher Abschnitt eines Gummischlauches) oder für höhere Temperaturen auch mit einem kleinen Tropfen Schwefelsäure oder einfach mit Speichel befestigt bzw. angeklebt. Das Röhrchen muß so angebracht sein, daß sich die Substanz in der Mitte der Quecksilberkugel befindet.

Eigens für die Schmelzpunktsbestimmung gebaute Apparate ermöglichen eine gleichmäßigere Erwärmung des Heizbades sowie ein anderes Befestigen der Kapillarröhrchen. Das Anheizen des Bades muß, besonders einige Grad vor der Schmelztemperatur, sehr allmählich vorgenommen werden. Nach Entfernung des Brenners darf das Thermometer keine weitere Temperatursteigerung mehr anzeigen.

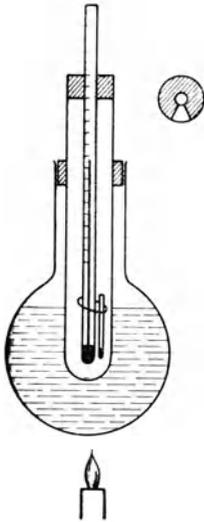


Abb. 207. Selbsthergestellter Schmelzpunktsapparat.

Der Apparat von THIELE (Abb. 208) besteht aus einem Rohr von zirka 2 cm Weite, an das ein Bogen von 1 cm Weite so angesetzt ist, daß er das untere Ende des Rohres mit der Mitte verbindet. Der Bogen, der mit einem Drahtnetz umwickelt wird, wird mit direkter Flamme erhitzt. Dadurch beginnt die Badflüssigkeit zu zirkulieren, der Apparat heizt sich daher sehr schnell an und geht nicht nach, d. h. die Temperatur des Heizbades ist nicht höher als die Anzeige des Thermometers. Er kühlt anderseits auch wieder rasch ab. Das Thermometer mit dem daran be-



Abb. 208. Schmelzpunktsapparat nach THIELE.

festigten Röhrchen wird von oben direkt in die Badflüssigkeit eingeführt und mit Hilfe eines Stopfens festgehalten. Bei einem weiter verbesserten Apparat werden die Schmelzpunktröhrchen durch seitliche kleine Öffnungen eingesetzt, so daß ihr unteres Ende direkt an die Thermometerkugel zu liegen kommt. Oben werden die Röhrchen durch ein kleines Gummipfännchen gesteckt, um ein Hineinfallen in das Bad zu verhindern.

Als *Badflüssigkeiten* dienen Wasser, konz. Schwefelsäure oder geschmolzenes Paraffin. Konzentrierte Schwefelsäure wird durch hineinfallenden Staub rasch braun gefärbt, wodurch die Erkennung eines Schmelzpunktes undeutlich wird. Zur Verhinderung dieses Braunwerdens setzt man dem frischen Schwefelsäurebad ein kleines Körnchen Kalisalpeter zu. Schwefelsäure ist bis gegen 300° brauchbar, vorausgesetzt, daß sie noch kein Wasser angezogen hat. Bei 300° beginnen bereits größere Mengen von Dämpfen zu entweichen; sie siedet bei 338°. Beim Arbeiten mit Schwefelsäure ist größte Vorsicht am Platze; Verwendung einer Schutzbrille.

Für Schmelzpunkte bis zu 325° empfiehlt sich die Verwendung eines 5 Minuten lang gekochten Gemisches von 7 Teilen Schwefelsäure vom spez. Gewicht 1,84 und 3 Teilen Kaliumsulfat. Für Schmelzpunkte zwischen 325° und 360° ist ein Gemisch von 6 Teilen Schwefelsäure und 4 Teilen Kaliumsulfat brauchbar. Für noch höhere Temperaturen verwendet man geschmolzenes Zinkchlorid (dieses ist nach der Verwendung aus dem Gefäß auszugießen, sonst Zersprengung!).

Für sehr hohe Temperaturen benutzt man zur Bestimmung des Schmelzpunktes einen Messing- oder Aluminiumblock von zirka 8 cm Länge, 4 cm Breite und 4 cm Höhe. $\frac{1}{2}$ cm unter der Oberfläche befindet sich ein Kanal zur Einführung des mit Asbestpapier umwickelten Thermometers. Die Oberfläche des Blocks besitzt zwei Reihen kleiner Aushöhlungen, in die man die Substanz bringt. Erhitzt wird der Block langsam durch eine Reihe kleiner Flammen.

Substanzen, die vor dem Schmelzen sublimieren oder die sich zersetzen, müssen in einem beiderseits zugeschmolzenen Kapillarröhrchen erhitzt werden. Das Röhrchen wird bei solchen Stoffen erst dann in den Apparat gebracht, wenn eine dem Schmelzpunkt nahe liegende Temperatur erreicht ist, was durch Vorversuche festgestellt werden muß.

e) Bei unreinen Substanzen oder Substanzgemischen liegt der Schmelzpunkt zumeist viel niedriger als bei der reinen Substanz. Von dieser Schmelzpunktserniedrigung bei Gemischen macht man zur Überprüfung eines Stoffes und zu seiner Identifizierung Gebrauch durch die Ausführung von *Mischschmelzpunkten*. Eine Substanz *A* habe den Schmelzpunkt *S*, eine unbekannte Substanz *B* ebenfalls den Schmelzpunkt *S* oder doch einen sehr nahe liegenden. Mischt

man zirka gleiche Teile von *A* und *B* in einer Reibschale und bestimmt von dem Gemisch den Schmelzpunkt, so kann entweder wiederum der Schmelzpunkt *S* erhalten werden, dann waren beide Substanzen gleich, also identisch, oder ein bedeutend tieferer Schmelzpunkt als der der einzelnen Substanzen *A* und *B*, woraus man schließen kann, daß *A* und *B* chemisch verschiedene Stoffe sind.

4. Siedepunkt. In der Literatur wird der Siedepunkt mit den Buchstaben *Kp* (Kochpunkt) bezeichnet.

a) Zur Siedepunktsbestimmung verwendet man die gewöhnliche Methode der Destillation. Als Siedepunkt bezeichnet man jene Temperatur, bei der das Thermometer während nahezu der ganzen Operation konstant bleibt.

Zu beachten ist, daß zwar die Thermometerkugel, die sich in der Höhe des Ansatzrohres des Siedekolbens befinden muß, fast augenblicklich die Temperatur des Dampfes annimmt, daß es aber geraume Zeit braucht, bis der Quecksilberfaden, der ja durch eine dicke Glasschicht bedeckt ist, sich ins Wärmegleichgewicht stellt. Außerdem rinnt die zuerst an den oberen Teilen des Siedekölbchens kondensierte Flüssigkeit am Thermometer herunter und kühlt die Kugel ab.

Der Quecksilberfaden muß selbstverständlich gänzlich im Dampf sein (eventuell Korrektur des herausragenden Fadens). Vorkehrungen zur Verhinderung des Stoßens müssen getroffen sein (Verwendung von Siederleichtern). Die Destillation muß langsam erfolgen (1 bis 2 Tropfen Kondensat pro Sekunde), bei schnellerer Verdampfung tritt eine Stauung ein, die die Siedetemperatur zu hoch erscheinen läßt.

b) Siedepunktsbestimmung kleiner Substanzmengen. Ein Kölbchen von 100 ccm Inhalt ist mit einer geeigneten Badflüssigkeit versehen. In seinem Hals befindet sich ein Stopfen mit engem Seitenkanal und einer Öffnung in der Mitte, durch die ein dünnwandiges Reagenzglas (zirka 7 mm weit) reicht. Das untere Ende dieses Rohres taucht in die Badflüssigkeit ein. In das Reagenzglas bringt man 0,5 bis 1,5 ccm der zu prüfenden Flüssigkeit und befestigt darüber ein Thermometer. Beim Sieden der Flüssigkeit zeigt das Thermometer einige Zeit die gleiche Temperatur.

Bei noch kleineren Substanzmengen (Abb. 209) führt man einen Tropfen in eine Glasröhre ein. In diesen Flüssigkeitstropfen taucht gleichzeitig eine etwas über dem unteren Ende zugeschmolzene Kapillare ein. Das Glasrohr wird an einem

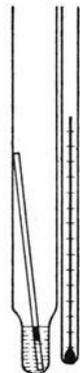


Abb. 209. Siedepunktsbestimmung kleiner Substanzmengen.

Thermometer befestigt und nun wie bei der Schmelzpunktsbestimmung verfahren, d. h. man taucht das Ganze in ein Heizbad und erwärmt. Ehe der Siedepunkt erreicht wird, entwickeln sich aus dem Kapillarröhrchen einzelne Bläschen, die sich rasch vermehren und zuletzt einen ganzen Faden kleiner Dampfperlen bilden. Dies ist der Moment, an dem das Thermometer abgelesen wird.

c) Gefrierpunktserniedrigung und Siedepunktserhöhung. Durch das Auflösen fester oder flüssiger Stoffe in einem Lösungsmittel wird bewirkt, daß der Gefrierpunkt des Lösungsmittels absinkt und der Siedepunkt desselben steigt. Da dies eine für das betreffende Lösungsmittel ganz charakteristische und gleichbleibende Eigenschaft und Größe ist, kann durch Auflösen unbekannter Substanzen und Bestimmung der dadurch verursachten Differenz im Siede- bzw. Gefrierpunkt (Messung mit BECKMANN-Thermometer) das Molekulargewicht des aufgelösten Stoffes nach bestimmten Formeln errechnet werden.

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.

Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

18. Eindampfen.

Das *Eindampfen* hat den Zweck, eine Lösung zu konzentrieren. Ist das Lösungsmittel Wasser, so bedient man sich der eigentlichen Verdampfungsmethode, während organische Lösungsmittel in den meisten Fällen durch Abdestillieren wiedergewonnen werden.

Unter *Abdampfen* versteht man die Entfernung einer Flüssigkeit durch Verflüchtigung; der Hauptwert wird zum Unterschied von der Destillation auf den Rückstand gelegt.

Das Verdampfen einer Flüssigkeit kann geschehen:

- a) unterhalb der Siedetemperatur (Verdunsten) oder
- b) unter Sieden der Flüssigkeit.

1. Verdampfen einer Flüssigkeit unterhalb der Siedetemperatur. Die Verdunstung geht langsam vor sich und erfolgt nur an der Oberfläche.

Die Gefäße sollen daher eine Form besitzen, die die Ausbreitung auf eine möglichst große Oberfläche gestattet. Bechergläser verwendet man fast nur bei Anwendung tieferer Temperaturen und nur dann, wenn der Abdampfdruck-

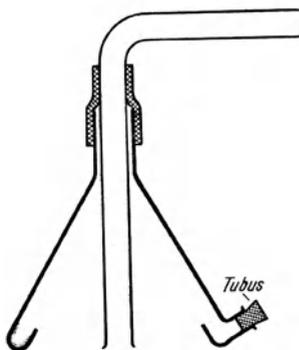


Abb. 210. Eindampftrichter.

stand keine festen Krusten bildet. Am vorteilhaftesten sind Schalen. Bei größeren Flüssigkeitsmengen wird zunächst in größeren Gefäßen eingedampft, die man später gegen kleinere auswechselt.

Beschleunigt wird das Abdampfen dadurch, daß man die sich bildenden Dämpfe wegbläst oder absaugt. Man stülpt über das Gefäß einen abgesprengten Trichter, in den ein Glasrohr reicht, durch das die Luft abgesaugt wird (Abb. 210).

Das Eindampfen wird über freier Flamme oder mittels eines Heizbades ausgeführt.

Schutzvorrichtungen während des Eindampfens: Gegen das Hineinfallen von Staub schützt man sich durch einen übergestülpten Trichter, durch Bedecken mit einem Uhrglas, das auf kleinen, winkelförmig gebogenen Glasstäbchen, die über den Rand der Schale gehängt werden, sitzt oder durch Anbringen eines mit Filtrierpapier bespannten Holzrahmens über dem Abdampfgefäß.

Manche Stoffe, die während des Eindampfens aus der Lösung in fester Form abgeschieden werden, haben die Eigenschaft, an den Wandungen des Gefäßes in die Höhe zu kriechen (z. B. Ammonsalze). Vermieden kann dies dadurch werden, daß man die Seitenwände der Schale heißer als die Flüssigkeit hält. Auf diese Weise wird die sich hochziehende Salzmasse vollkommen ausgetrocknet, bevor sie den oberen Rand des Gefäßes erreicht.

Das Abdampfen übelriechender Stoffe muß unter dem Abzug vorgenommen werden. Besondere Vorsichtsmaßnahmen sind beim Abdampfen feuergefährlicher oder schädlicher Flüssigkeiten zu beachten. Man trachtet in diesem Falle, die aufsteigenden Dämpfe so rasch als möglich zu entfernen (Anwendung eines Luftstromes).

2. Verdampfen einer Flüssigkeit unter Sieden derselben. Das Sieden wird in Kolben oder Bechergläsern, besser in Porzellanschalen oder Töpfen, also in offenen Gefäßen, vorgenommen.

Viele Flüssigkeiten, besonders wenn sie feste Substanzen gelöst oder als Bodensatz enthalten, alkalische Flüssigkeiten (z. B. starke Natronlauge) unterliegen der Gefahr des „Stoßens“. Ursache des Stoßens ist ein plötzlich eintretendes Sieden, d. h. die entwickelten kleinen Dampfbläschen steigen nicht einzeln an die Flüssigkeitsoberfläche, sondern vereinigen sich noch in der Flüssigkeit am Boden des Gefäßes zu großen Blasen, die dann plötzlich entweichen. Das Stoßen kann zu Verlusten durch Verspritzen führen, ja mitunter so heftig sein, daß ein Umkippen des Gefäßes erfolgen kann. Diese Erscheinung des zu späten, dann aber plötzlichen Eintretens der Dampfentwicklung nennt man *Siedeverzug*.

3. Maßnahmen zur Aufhebung des Siedeverzuges. Zugabe von Siederleichterern. Der Zusatz muß bereits am Anfang erfolgen

und nicht erst dann, wenn die Flüssigkeit bereits stark erhitzt ist, da hierdurch ein plötzliches Sieden ausgelöst werden könnte.

Siedesteinchen sind nicht größer als erbsengroße Stücke von unglasiertem, gebranntem Ton oder Bimsstein. Zwei bis drei Steinchen reichen fast immer aus. Falls die Flüssigkeit vorübergehend aus dem Kochen kommt, muß der Zusatz von Siedesteinchen erneuert werden.

Platintetraeder.

Siedestäbchen, das sind Späne aus harzarmem Fichtenholz.

An den Kanten und Poren aller dieser Siederleichterer können sich die kleinen Dampfbläschen besser bilden, die dann von dort entweichen.

Siedekapillaren aus Glas von 1 mm oder kleinerem Durchmesser, die oben zugeschmolzen sind oder beiderseits offene Kapillarröhrchen, die einen äußerst kleinen Durchmesser haben und so lang sein müssen, daß ihr oberes Ende über den Flüssigkeitsspiegel hinausragt, sind ein gutes Mittel gegen den Siedeverzug.

Empfohlen werden ferner *Siedebättchen* aus aschenfreiem Filtrierpapier. Es sind dies kleine Filtrierpapierscheibchen von der Größe 10 × 20 mm mit abgerundeten Ecken, welche unter einen Glasstab gelegt werden. Dadurch soll ein ruhiges Sieden erzielt werden, weil die feinporige Beschaffenheit eine sehr gleichmäßige Dampfverteilung zuläßt. Bei einem gegebenenfalls sich anschließenden Filtrieren gelangt das Bättchen mit auf das Filter und wird bei der nachträglichen Veraschung mit verbrannt. Außerdem verhindert das Bättchen das Durchschlagen des Glases durch den Glasstab.

Falls sich während des Eindampfens ein fester Stoff ausscheidet, wodurch das sehr lästige Stoßen der Flüssigkeit unvermeidlich wird, kann die Abdampfung unter *Durchleiten eines Luft- oder Gasstromes* vorgenommen werden. Alle Siederleichterer versagen aber, wenn sich aus der kochenden Lösung feste Stoffe in größerer Menge ausscheiden; dann hilft nur noch kräftiges Rühren.

Benutzte Literatur:

- STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
 WEYGAND: Organisch-chemische Experimentierkunst. 1938.
 SCHLEICHER und SCHÜLL: Filtration im chemischen Laboratorium, 3. Aufl. 1936.

19. Destillieren.

Eine Destillation besteht aus zwei Teilen, dem Verdampfen der Flüssigkeit und der Kondensation der erhaltenen Dämpfe. Sie ist ein ausgezeichnetes Mittel zur Reinigung von Flüssigkeiten.

Eine Destillationsapparatur setzt sich zusammen aus dem Destilliergefäß, in dem die Verdampfung der Flüssigkeit stattfindet, und dem Kühler, in welchem die Dämpfe wieder kondensiert werden. Das Kondensat wird in einer Vorlage aufgefangen.

1. Destillation unter Atmosphärendruck. a) Verdampfung der Flüssigkeit. Als Gefäße, in denen das Sieden und damit die Verdampfung vor sich geht, verwendet man Kolben, die mit einem Stopfen verschlossen sind, durch den ein kurzes, gebogenes Rohr reicht, das die Verbindung mit dem absteigenden Kühler herstellt. Zur Kontrolle der Temperatur reicht durch eine zweite Bohrung ein Thermometer in den Kolben, dessen Quecksilberkugel im Dampfraum liegen muß.

Vorteilhafter ist die Verwendung eines Destillierkolbens (Abb. 211), das ist ein Rundkolben mit langem, engem Hals, an den ein geneigtes Rohr angeschmolzen ist, welches mit dem Kühler mittels eines Stopfens verbunden wird. Der Kolbenhals wird mit einem Stopfen, durch den das Thermometer reicht, verschlossen. Das Quecksilbergefäß des Thermometers muß sich unmittelbar unterhalb des Ansatzrohres befinden, so daß es von den übergehenden Dämpfen stets völlig umspült wird. Das Ansatzrohr soll so weit über dem Kolben angebracht sein, daß die Thermometerkugel nicht in den Kolbenraum ragt.

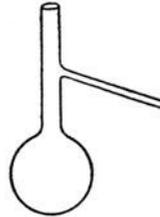


Abb. 211.
Destillierkolben.

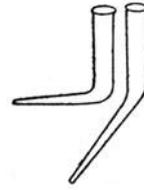


Abb. 212.
Vorstöße.

Man darf nie versäumen, Maßnahmen zur Aufhebung des Siedeverzuges zu treffen. Das Anheizen des Kolbens geschieht entweder direkt (Drahtnetz) oder unter Zuhilfenahme eines Bades. Gasbrenner sollen stets mit einem Turm versehen sein. Bei Anwendung der direkten Gasheizung soll mit dem Brenner gefächelt werden, bis Sieden eintritt, erst dann läßt man ihn in ruhiger Lage unter dem Kolben stehen. Die Erhitzung hat allmählich zu erfolgen, um eine Überhitzung zu vermeiden.

b) Kondensation der Dämpfe. Wichtig ist die richtige Ableitung und Kondensation der Dämpfe durch einen absteigenden Kühler. Verwendet wird fast stets ein LIEBIG-Kühler, durch dessen Mantel Wasser geleitet wird. Nur beim Destillieren höher siedender Flüssigkeiten verwendet man warmes Wasser oder Luft. Die Kühlung erfolgt im Gegenstromprinzip, d. h. das Kühlwasser steigt dem abfließenden Kondensat entgegen.

Je höher die zu destillierende Substanz siedet, desto länger

soll der Kühler sein. Zu lange Kühler vermeidet man, da sie unhandlich sind. Das Kühlwasser ist vor Beginn der Destillation einzuschalten, da bei zu spätem Einschalten der bereits erwärmte Kühler springen kann.

c) Das Auffangen des Kondensats erfolgt zumeist ohne weiteres in untergestellten Gefäßen oder unter Zwischenschaltung eines Vorstoßes (Abb. 212), der mittels eines Stopfens, durch dessen Bohrung das Ende des Kühlerrohres reicht, mit dem Kühler verbunden ist. Das Ende des Vorstoßes reicht frei hängend etwas in das untergestellte Auffanggefäß.

d) Verlauf der Destillation. Sobald das Sieden beginnt, steigt das Thermometer plötzlich und stellt sich auf den Siede-

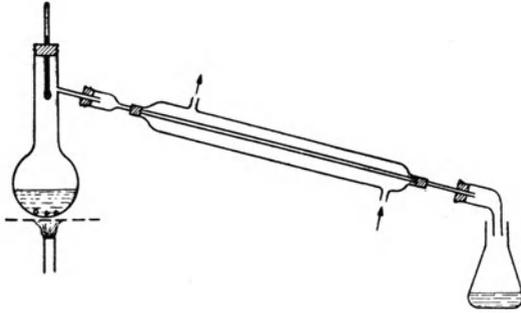


Abb. 213. Anordnung einer Destillation.

punkt ein. Man fängt das ganze Destillat in einer einzigen Vorlage auf. Die Abb. 213 zeigt die Anordnung einer Destillation.

2. Fraktionierte Destillation. Bei der fraktionierten Destillation wird das Kondensat in einzelne Fraktionen (Anteile) von verschiedenem Siedepunkt unterteilt. Die fraktionierte Destillation wird dann angewendet, wenn es sich um die Trennung von Flüssigkeitsgemischen handelt.

Schon bei der einfachen Destillation wird eine Fraktionierung dadurch erreicht, daß man nach dem Auffangen der ersten Tropfen des Kondensats (des Vorlaufes) die Vorlage wechselt und nun den Hauptlauf, der einen möglichst konstanten Siedepunkt haben muß, auffängt. Beginnt gegen Ende der Destillation die Siedetemperatur weiter anzusteigen, wechselt man abermals die Vorlage, um auch den Nachlauf getrennt auffangen zu können. Die mittlere Fraktion, die ein Gemisch darstellt, kann nun durch wiederholte Destillation neuerdings in drei Fraktionen zerlegt werden.

Um bereits während des Siedens eine Fraktionierung in niedriger und höher siedende Anteile zu erzielen, schaltet man

Fraktionieraufsätze ein, die auf den Siedekolben aufgesetzt werden und eine Art Rückflußkühler darstellen. Darin nimmt die Siedetemperatur von unten nach oben ab, das höher Siedende fließt zurück und oben destilliert die flüchtigere Substanz mit nahezu konstanter Siedetemperatur und in guter Reinheit ab.

Die einfachste Hilfe bildet die Verlängerung des Kolbenhalses. Um aber den Weg des Dampfes weiter zu vergrößern, setzt man eine Kolonne auf den Siedekolben (Abb. 214 *a—c*).

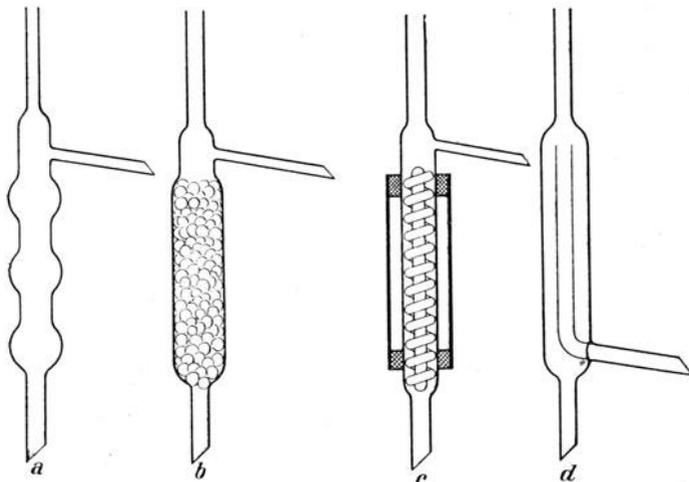


Abb. 214. Fraktionieraufsätze

a nach WÜRTZ, *b* nach HEMPEL, *c* nach WIDMER, *d* nach KAHLBAUM.

Verwendet wird ein weites Rohr, das eventuell noch kugelförmige Erweiterungen besitzt und mit Füllmaterial, wie z. B. Glasrohrstückchen oder Glasperlen, beschickt sein kann. Andere Formen von Fraktionieraufsätzen sind mit Glasspiralen versehen, so daß der Dampf ebenfalls einen längeren Weg zurückzulegen hat. Für die Destillation höher siedender Stoffe können die Aufsätze mit einem Mantel umgeben werden, wodurch die umgebende Luft auf gleichmäßiger Temperatur gehalten und somit ein gleichmäßigeres Sieden erzielt wird.

Beim KAHLBAUMSchen Aufsatz ist ein zweites wichtiges Prinzip der Fraktionieraufsätze verwirklicht, nämlich die Vorheizung eines inneren Rohres durch den Dampf der destillierenden Flüssigkeit (Abb. 214 *d*). Beide Prinzipien (Verlängerung des Weges sowie Vorheizung durch den Dampf) sind bei der WIDMER-Kolonne (Abb. 215) vereinigt.

Das Thermometer wird in den Fraktionieraufsatz eingesetzt.

Die Trennung von Flüssigkeitsgemischen durch Destillation ist um so schwieriger, je näher die Siedepunkte der betreffenden Stoffe beisammen liegen. Der Destillationsprozeß ist dann unter Auffangung der einzelnen Anteile sehr oft zu wiederholen. Es gibt jedoch auch Gemische, die durch Destillation nicht zu trennen sind, die sog. „konstant siedenden Destillate“.

Soll eine Flüssigkeit längere Zeit gekocht werden, ohne daß eine Destillation stattfindet, befestigt man auf dem Siedekolben einen *Rückflußkühler*, der bewirkt, daß das Kondensat vollkommen in das Siedegefaß zurückfließt.

3. Vakuumdestillation. Stoffe, die bei ihrer Siedetemperatur unbeständig sind, müssen im

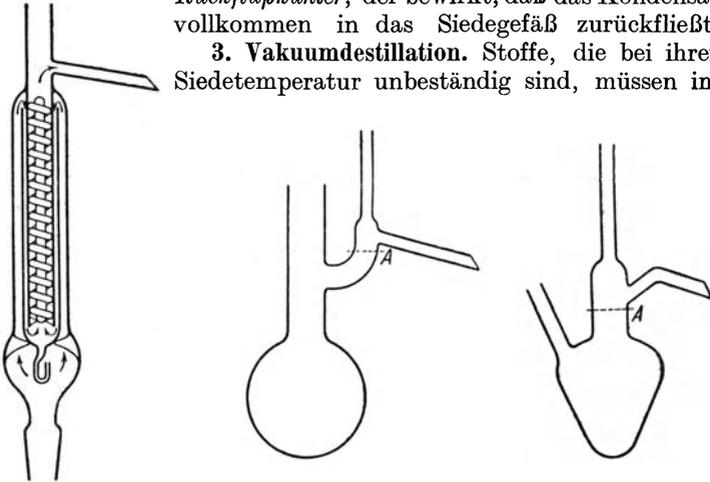


Abb. 215. WIDMER-Kolonne.

Abb. 216. CLAISEN-Kolben.

Abb. 217. Spitzkolben.

Vakuum destilliert werden, da durch Herabsetzung des herrschenden Druckes auch der Siedepunkt der Substanz fällt. Dieser Unterschied kann 80 bis 150° betragen, wodurch die Gefahr der Zersetzung vermindert wird.

a) Destillierkolben. Es können Destillierkolben mit einem von der Kolbenwandung abzweigenden Ansatzrohr zur Einführung der Siedekapillare verwendet werden. Das Rohr, in das das Thermometer eingesetzt wird, soll genügend lang sein, damit die Dämpfe nicht bis zum Stopfen gelangen können. Dabei befindet sich auch die ganze Thermometerskala innerhalb des Siedegefaßes. Die beiden Rohrenden zum Einsetzen der Kapillare und des Thermometers können zweckmäßig auch verjüngt sein und die Verbindung durch Darüberziehen eines Gummischlauches statt durch einen Stopfen hergestellt werden.

CLAISEN-Kolben besitzen eine vom Kolbenhals nach oben gehende Abzweigung, die erst das Dampfabführungsrohr trägt. In diese Abzweigung wird das Thermometer eingeführt, während in den eigentlichen Kolbenhals die Kapillare reicht (Abb. 216).

Für kleinere Substanzmengen (bis zu einer Größe von 400 cm) verwendet man sog. Spitzkolben (Abb. 217), da bei diesen nur geringe Destillationsrückstände zurückbleiben.

b) Destillationsvorlagen. Die Kühlung erfolgt in gleicher Weise wie bei der Destillation unter Atmosphärendruck.

Soll eine einzige Fraktion aufgefangen werden, verwendet man als Vorlage Destillierkolben mit einem einfachen seitlichen Ansatzrohr (das zum Anschluß an das Vakuum dient) oder eine Saugflasche, die mittels eines durchbohrten Stopfens, durch den das Kühlerende in den Hals der Vorlage reicht, mit dem Kühler verbunden wird.

Hat gleichzeitig eine Fraktionierung stattzufinden, muß das gesonderte Auffangen der einzelnen Fraktionen ohne Unterbrechen ermöglicht werden. Dies wird erreicht durch Verwendung von Hahnvorstößen (Vorstöße, die durch einen Hahn abgeschlossen und die Vorlage dann ohne Unterbrechung der Destillation ausgewechselt werden kann) oder Euter- oder Spinnenvorlagen (Abb. 218), bestehend aus einem Hahn mit drei Löchern zum Ablauf des Destillats in die Vorlagen, welche mit Sperr- und Entlüftungshähnen versehen sind.

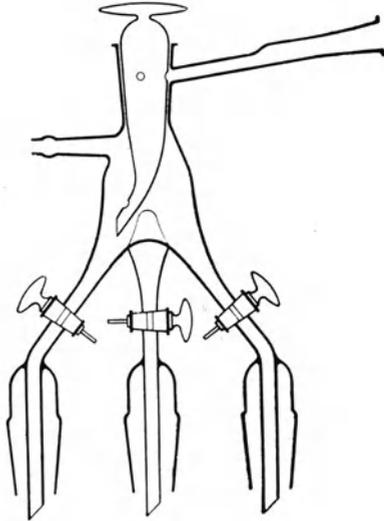


Abb. 218. Eutervorlage.

Bei der Vakuumdestillation solcher Stoffe, die normalerweise fest sind, muß dafür gesorgt werden, daß das übergehende Destillat im Destillierrohr flüssig erhalten bleibt, damit es in die Vorlage abtropfen kann. Dies wird erzielt durch Anbringung eines Heizmantels oder mit Hilfe eines elektrischen Heizkörpers, der im Destillierrohr untergebracht ist (ein durch eine Kapillare gezogener und um sie gewickelter Platindraht).

c) Zur Verhinderung des Siedeverzuges dient eine Siedekapillare, die durch eine Stopfenbohrung so in den Kolben

reicht, daß sie den Boden fast berührt und durch die ein ganz feiner Luftstrom in den Kolben eintreten kann.

Für diese Zwecke dürfen nur Kapillarröhrchen verwendet werden, die man zunächst in der Flamme grob und sodann in einer Mikroflamme noch fein auszieht. Vor dem Gebrauch ist sie stets auf Durchlässigkeit zu prüfen, indem man die Spitze in Äther eintaucht und hindurchbläst; dabei sollen die Blasen einzeln

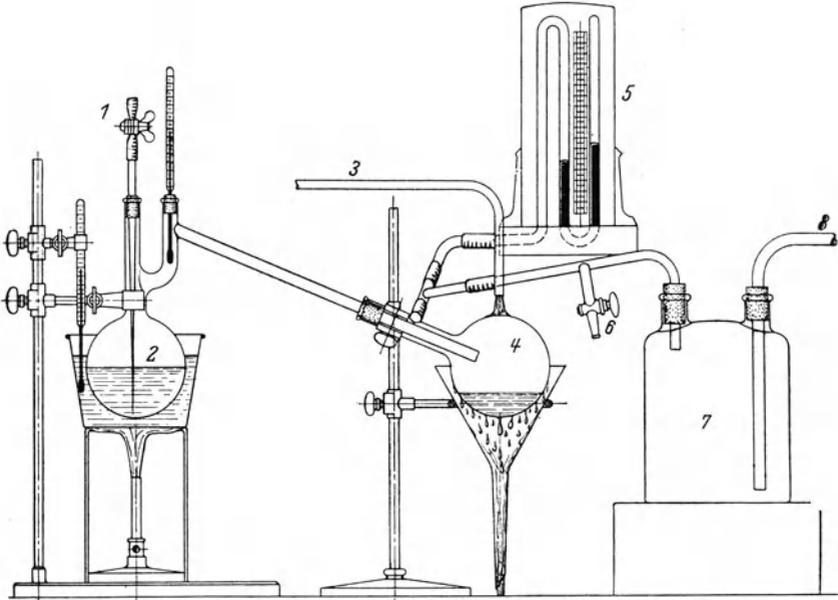


Abb. 219. Vakuumdestillation.

1 Schraubenquetschbahn, 2 Kapillare und CLAISEN-Kolben, 3 Wasserkühlung, 4 Vorlage, 5 Vakuummeter, 6 Sicherheitshahn, 7 Sicherheitsgefäß, 8 zur Vakuumpumpe.

und langsam austreten. Die Kapillare soll leicht beweglich wie ein Seidenfaden sein.

d) Technik der Vakuumdestillation (Abb. 219). Das obere herausragende Ende der Kapillare wird mit einem Kapillarschlauch und einem Schraubenquetschhahn zur Regulierung verschlossen. Während der Destillation läßt man gerade soviel Luft in den Kolben, daß sie ruhig verläuft. Das angeschlossene Vakuummeter wird nicht in den Kreis der Pumpe eingeschlossen, sondern, damit keine Flüssigkeit hineinkommt, an ein besonderes Röhrchen. Wichtig ist der sog. Sicherheitshahn, der sofort gestattet, ein wenig Luft einzulassen, wenn die Flüssigkeit im

Destillierkolben hinaufsteigen oder schäumen will. Die Pumpe soll durch ein großes Sicherheitsgefäß (WULFFSche Flasche) von der Destillationsapparatur getrennt sein. Die zusammengesetzte leere Apparatur prüft man vor Beginn der eigentlichen Destillation stets auf Dichtigkeit durch Einschalten der Pumpe und des Vakuummeters. Erst wenn sich die Apparatur als dicht erwiesen hat, füllt man die Substanz in den Kolben. Bei Vakuumdestillationen ist *immer* Schutzbrille zu tragen.

Durchführung: Zum Erhitzen der Gefäße dienen stets Bäder. Man erhitzt das Bad (meist Ölbad) auf die richtige Temperatur und setzt die Pumpe in Bewegung. Anfangs geht meist etwas Wasser oder Lösungsmittel über, so daß man das Vakuum vermindern muß, was durch den Sicherheitshahn leicht möglich ist. Nach einiger Zeit tritt ruhiges Sieden ein und man reguliert den Luftzutritt durch die Kapillare, aus der ein lebhafter Strom kleinster Luftbläschen treten soll. Bei Flüssigkeiten bietet die Destillation keine Schwierigkeiten, bei festwerdenden Substanzen verstopft sich aber das Übergangrohr sehr leicht. Man erhitzt daher, schon bevor die Destillation beginnt, den Kolbenhals, damit die ersten Tropfen überhitzt werden.

Die Destillation soll rasch vonstatten gehen. Das Vakuummeter schließt man von der Apparatur ab und überprüft nur von Zeit zu Zeit das Vakuum.

Bei gewöhnlichen Vakuumdestillationen genügen Korkverbindungen, wobei aber ein Verschmieren mit Paraffin, Kollodium u. ä. nicht zu empfehlen ist. Am einfachsten geschieht die Abdichtung, wenn man die guten Korke vorher mit heißem, hartem Paraffin vollständig tränkt, worauf eine weitere Abdichtung unnötig ist. Bei Destillationen im Hochvakuum sind aber Gummistopfen, Glasschliffe oder zusammengeschmolzene Apparaturen auf jeden Fall erforderlich. Gummiverbindungen sind nur nach dem Betupfen mit Glycerin, Glasschliffe nur nach dem Einfetten mit einem geeigneten Vakuumfett zu verwenden.

4. Wasserdampfdestillation. a) Prinzip. Jede Flüssigkeit sendet in den sie umgebenden Raum so lange ihren Dampf aus (Verdunsten), bis der Druck dieses Dampfes einen bestimmten Höchstwert erreicht hat. Dieser als „Dampfdruck“ bezeichnete Höchstwert hängt außer von der Natur der Flüssigkeit von der Temperatur ab und nimmt mit steigender Temperatur zu. Der sich über der Flüssigkeit ansammelnde Dampf ist nur dann imstande, das ihn umgebende Gas (Luft) zu verdrängen, wenn sein Dampfdruck gleich dem Druck des umgebenden Gases ist. Dies ist bei der Siedetemperatur der Fall, der Flüssigkeitsdampf kann entweichen. Dieselbe Wirkung erzielt man durch Zumischen eines Gases oder Dampfes (meist Wasserdampf), bis die Summe des Dampfdruckes der Flüssigkeit und des Dampfdruckes

von Wasser dem Außendruck entspricht. Man kann auf diese Weise Substanzen, die einen bedeutend höheren Siedepunkt als Wasser haben, zugleich mit dem Wasserdampf destillieren.

Verwendet wird gesättigter Wasserdampf (der viel mitgerissenes Wasser enthält) oder überhitzter Wasserdampf, bei dem das mitgerissene Wasser durch Überhitzen auch noch in Dampf verwandelt wurde („trockener Dampf“).

b) Destillation mit gesättigtem Wasserdampf. Man kann so vorgehen, daß die betreffende Substanz zugleich mit Wasser destilliert wird, oder in der Weise, daß in die in einem Kolben befindliche Substanz Wasserdampf eingeleitet wird. Im

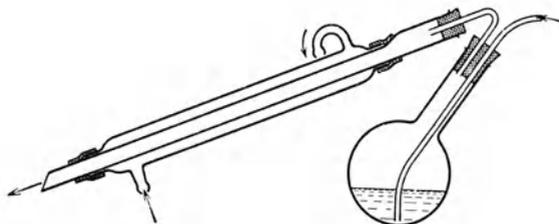


Abb. 220. Wasserdampfdestillation.

ersteren Fall erhitzt man das Wasser in einem Kolben, in dem sich auch die Substanz befindet, zum Sieden und ersetzt das abdestillierende Wasser durch einen Tropftrichter.

Bei der Destillation im strömenden Wasserdampf wird der Dampf entweder aus einem Dampfwickler oder aus einer vorhandenen Dampfleitung entnommen.

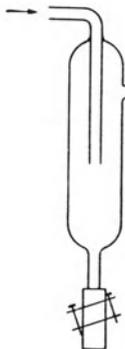


Abb. 221. Kondenswasserabscheider.

Besonders im letzteren Falle führt der Dampf größere Mengen Wasser mit, die durch Zwischenschaltung eines Kondenswasserabscheiders entfernt werden müssen. Eine solche Vorrichtung (Abb. 221) besteht aus einem weiten Glasrohr, das nach unten verengt ist und mit einem Schlauchstück und Quetschhahn verschlossen wird, und einem seitlichen Ansatz zum Ableiten des Dampfes. In dieses weite Rohr reicht von oben das engere Dampfzuleitungsrohr bis etwa unterhalb des Abzweigungsrohres. Das im Dampf enthaltene Wasser wird durch das untere Rohr (dessen Öffnung mit dem Schraubquetschhahn entsprechend eingestellt werden kann) abgeleitet, während der Dampf durch den seitlichen Ansatz ausströmen kann.



Abb. 222. REITMAYER-Aufsatz.

Der Dampf durch den seitlichen Ansatz ausströmen kann.

Die eigentliche Destillation findet in einem Rundkolben statt. Durch ein bis fast zum Boden reichendes Rohr wird der Dampf eingeleitet, während das Gemisch von Flüssigkeits- und Wasserdampf durch ein kurzes, gebogenes Rohr zum Kühler gelangt. Um ein Mitreißen eventuell vorhandener fester Substanz zu vermeiden, kann zwischen Kolben und Kühler ein REITMAYER-Aufsatz (Abb. 222) geschaltet werden.

Ist kein Kondenswasserabscheider vorhanden, kann, um zu verhindern, daß sich zu viel Kondenswasser im Destillationskolben ansammelt, der Destillationskolben direkt oder mit Hilfe eines Bades erhitzt werden.

Bei der Wasserdampfdestillation fester Substanzen vermeidet man ein Verstopfen des Kühlerrohres durch zeitweises Abstellen der Wasserkühlung, wodurch die Substanz aus dem Rohr herausgeschmolzen wird.

Die Beendigung der Destillation ist bei wasserunlöslichen Stoffen daran zu erkennen, daß keine „Öl“tropfen mehr übergehen. Bei wasserlöslichen Stoffen muß eine genommene Probe untersucht werden.

c) Destillation mit überhitztem Wasserdampf. Der Dampf wird vor dem Einleiten in den Destillationskolben durch einen Überhitzer geleitet und so auf die gewünschte, etwas höhere Temperatur gebracht. Ein Überhitzer besteht aus einem spiralig gewundenen Metallrohr (aus Kupfer), das direkt oder in einem Ölbad angeheizt wird.

Benutzte Literatur:

- STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.
LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.
WEYGAND: Organisch-chemische Experimentierkunst. 1938.
GATTERMANN: Die Praxis des organischen Chemikers, 26. Aufl. 1939.
FIERZ-DAVID: Gründlegende Operationen der Farbenchemie, 4. Aufl. 1938.
BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

20. Sublimieren.

Unter Sublimation bezeichnet man jenen Vorgang, bei dem ein fester Stoff durch Erhitzen in den dampfförmigen und durch Kühlung wieder in den festen Zustand übergeführt wird.

Die Sublimation geht unterhalb der Schmelztemperatur des betreffenden Körpers vor sich. Angewendet wird sie insbesondere

dann, wenn sich eine Substanz bereits beim Schmelzpunkt zersetzt, dieselbe daher nicht durch Schmelzen und folgendes Destillieren gereinigt werden kann, oder wenn sie durch harzartige Stoffe stark verunreinigt ist, die sich durch Umkristallisieren nicht oder nur schwer entfernen lassen. Auch erreicht man oft durch einmalige Sublimation den gleichen Reinheitsgrad wie durch mehrmalige Umkristallisation. Besonders bei der Reinigung kleiner Substanzmengen bietet die Sublimation außerordentliche Vorteile und ist mit wesentlich geringeren Verlusten verbunden als das Umkristallisieren.

1. Sublimation unter Atmosphärendruck. a) Im einfachsten Falle benutzt man zwei Uhrgläser, deren Ränder aufeinandergeschliffen sind und die durch eine Spange zusammengehalten werden. Zwischen beide Gläser wird ein Stück Filtrierpapier (oder Asbestpapier) gelegt, das mit einer Anzahl kleiner Löcher versehen sein kann. Das Filtrierpapier verhindert das Zurückfallen des Sublimats in den unteren, den Substanzrückstand enthaltenden Raum. Das untere Uhrglas enthält die Substanz und liegt auf einer Asbestscheibe mit kreisrundem Loch. Erhitzt wird mit einer Mikroflamme oder mittels eines passenden Luft- oder Sandbades.

Vorteilhaft kann an Stelle des oberen Uhrglases ein passender Trichter aufgesetzt werden, durch dessen Rohr man ein Thermometer einführt. Statt des unteren Uhrglases kann auch eine Porzellanschale oder ein Porzellantiegel verwendet werden.

Bei Anwendung direkter Gasheizung werden zweckmäßig kurz abgeschnittene Retorten verwendet und das Sublimat aus dem Hals herausgekratzt oder auf ein unter einem Glassturz befindliches Uhrglas geleitet, auf dem es sich absetzt (Abb. 223).



Abb. 223.
Sublimation aus
einer Retorte.

b) Sublimation im indifferenten Gasstrom. Durch dieses Verfahren wird einerseits der Sublimationsvorgang beschleunigt und andererseits die sublimierende Substanz rascher aus dem erhitzten Raum weggeführt. Verwendung eines Rohres oder einer tubulierten Retorte. Man kann auch ein Becherglas benutzen, auf dessen Boden sich die Substanz befindet, darüber ein Glasgestell mit einer Filtrierpapier-

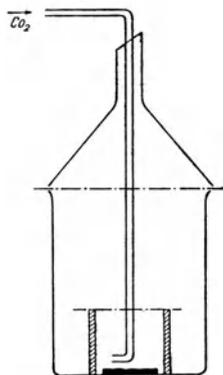


Abb. 224.
Sublimation im
Gasstrom.

scheibe. Auf dem Becherglas liegt ein zweites Filtrierpapier, darüber ein umgestülpter Trichter. Ein Glasrohr, durch das ein Kohlendioxydstrom geleitet wird, führt hindurch bis nahe zum Boden. Anheizen am Sandbad. Die Hauptmenge des Sublimats sammelt sich zwischen den beiden Filtrierpapierscheiben (Abb. 224).

c) Sublimation mit Wasserkühlung. Diese dient zur Reinigung größerer Substanzmengen. In einem Becherglas oder weithalsigen Rundkolben, auf dessen Boden sich die Substanz befindet, ist ein einseitig geschlossenes Rohr oder ein Rundkolben eingebaut, in dem sich Wasser befindet, bzw. durch den Wasser geleitet wird.

2. Vakuumsublimation. Hierzu kann ein einseitig geschlossenes Rohr verwendet werden, das in horizontaler Lage in einem Trockenschrank angeheizt und zugleich evakuiert wird. Die Substanz befindet sich in einem Porzellanschiffchen oder einem passenden kurzen Glasröhrchen innerhalb des erhitzten Rohrteiles. Das Sublimat sammelt sich im herausragenden Teile des Rohres an.

In dem eigens für diesen Zweck gebauten Apparat von DIEPOLDER (Abb. 225) liegt die Substanz in einem Näpfchen am Boden einer starkwandigen, weiten Proberöhre. Darüber ist ein gut passendes, weites Rohr angebracht, das an die Luftpumpe angeschlossen wird. Durch eine zweite Bohrung des Stopfens reicht seitlich ein Ansatzrohr mit Hahn zur Belüftung. Auch in diese Anordnung können Kühlvorrichtungen eingebaut sein.

3. Fraktionierte Sublimation. Man verwendet röhrenförmige Sublimationsapparate in horizontaler Lage und führt dieselben zunächst so tief ins Heizbad (Trockenschrank) ein, daß sich nur ein kurzes Rohrstück außen befindet. Für jede Fraktion, die unter Erhöhung der Temperatur zu erzielen ist, wird das Rohr ein Stück herausgezogen, so daß sich die einzelnen Fraktionen in Form von Ringen im Rohr ansetzen. Letztere können durch Herauskratzen (nach eventuellem Zerschneiden des Rohres) gewonnen werden.

4. Sublimationstechnik. Die Sublimation soll langsam verlaufen, da es sich dabei gewissermaßen um einen Verdunstungsvorgang handelt. Die Badtemperatur ist so zu regeln, daß die Substanz noch nicht schmilzt. Allerdings findet bei manchen Stoffen eine Sublimation erst nach dem Schmelzen statt.

Wichtig für den einheitlichen Verlauf einer Sublimation ist eine möglichst gute Zerkleinerung des Materials durch Pulverisieren, insbesondere wenn es sich um kristallisierte Stoffe handelt, die bei der Sublimationstemperatur nicht schmelzen.

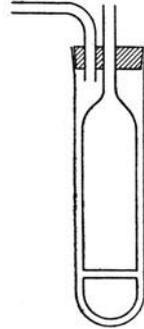


Abb. 225.
Vakuumsublimation.

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

LASSAR-CÖHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.

21. Extrahieren.

Unter Extraktion versteht man das Herauslösen eines Stoffes aus einem festen Substanzgemisch oder aus einer Lösung mittels eines Lösungsmittels.

Wichtig für den eigentlichen Lösungsvorgang ist vor allem, daß keine Umsetzung zwischen dem Lösungsmittel und dem gelösten Stoff stattfindet.

Wahl des Extraktionsmittels: Ist die herauszulösende Substanz wasserlöslich, verwendet man naturgemäß Wasser. Methyl- und Äthylalkohol und Aceton können für die Extraktion wäßriger Lösungen nicht verwendet werden, sondern nur für feste Stoffe. Die meist angewandten Extraktionsmittel sind Äther, Petroläther, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Benzol und Toluol.

Ist die Löslichkeit des betreffenden Stoffes genügend groß, so genügt ein *Digieren* oder *Auskochen*, bzw. bei Flüssigkeiten *Ausschütteln*. Bei schwerlöslichen Stoffen dagegen wird man sich eines kontinuierlich (ununterbrochen) arbeitenden Extraktionsapparats bedienen.

1. Extraktion fester Stoffe. a) Extraktion durch *Digieren* oder *Schütteln* bei gewöhnlicher Temperatur. Im einfachsten Fall ist ein Auslaugen der Substanz mit einem geeigneten Lösungsmittel in verschlossenen Flaschen oder Kolben ausreichend. Beschleunigt wird der Vorgang durch *Schütteln*.

b) Extraktion bei erhöhter Temperatur. Diese Arbeitsweise führt rascher zum Ziele. Das Extraktionsgut wird dabei am besten ausgekocht (unter Anwendung von Rückflußkühlung). Nach Sättigung des Lösungsmittels muß dasselbe entfernt und durch frisches ersetzt werden. Dies wird so lange fortgesetzt, bis das Extraktionsgut erschöpft ist.

c) Extraktion in kontinuierlich wirkenden Apparaten. In diesem Falle kommt stets frisches Lösungsmittel zur Wirkung. Es gelangt aus einem Siedegefaß in einen Rückflußkühler und aus diesem auf das Extraktionsgut.

In Ermanglung eines Extraktionsapparats und für hochsiedende Flüssigkeiten geht man so vor, daß man in einen Weithalskolben

(WALTER-Kolben), in dem sich das Lösungsmittel befindet, ein Drahtgestell einhängt, welches jedoch nicht in die Flüssigkeit eintauchen darf. Der mit einem Stopfen verschlossene Kolben trägt den Rückflußkühler, aus dem das kondensierte Lösungsmittel in eine Filterhülse, die mit Extraktionsgut gefüllt ist und sich in dem Drahtgestell befindet, tropft. Die Filtrierpapier-Extraktionshülse wird zum Schutz gegen das Herausspülen von Substanz und zur besseren Verteilung des auftropfenden Lösungsmittels mit einem kleinen Filterchen bedeckt (Abb. 226).

Die meistverwendeten Extraktionsapparate sind nach dem SOXHLET-Prinzip gebaut. Der Extraktor ist unten mit dem Siedekolben (weithalsiger Rundkolben) und oben mit dem Rückflußkühler durch Glasschliffe oder eventuell Korke, da Gummi für Dämpfe organischer Lösungsmittel nicht in Frage kommt, verbunden. Korke müssen sehr sorgfältig abgedichtet werden.

Die Konstruktion des SOXHLET-Apparats ist aus der Abb. 227 ersichtlich. Vom tiefsten Punkt des Extraktors führt ein enges Heberrohr erst nach oben, ist dann wieder nach unten abgebogen und durch die Wandung des weiten Auffangrohres nach dem Innern des Extraktionskölbchens geführt. Ebenso führt ein weites Dampfleitungsrohr vom Aufsatzrohr nach oben und mündet über der Mitte des Extraktors in diesen.

Der Extraktor dient zur Aufnahme der Extraktionshülse aus Filtrierpapier. (Neuere Apparate sind mit durchlässigen Sinterglasplatten ausgestattet.) Der Rand der Extraktionshülse muß über die Höhe der Heberkrümmung reichen. Setzt man die Hülse direkt in den Soxhlet ein, wird beim Abhebern oft nur die Flüssigkeit zwischen Hülse und Glaswand entfernt, während die Flüssigkeit im Hülseninhalt nicht rasch genug durchfließen kann. Es ist daher besser, die Hülse nicht so weit zu füllen, sie aber dafür auf einen gläsernen Dreifuß (oder behelfsmäßig auf ein kurzes, in den Extraktor schief eingelegtes Glasstabstückchen) zu stellen. Der Kolben wird mit dem Lösungsmittel beschickt.

Die Dämpfe des siedenden Lösungsmittels steigen durch das Aufsatzrohr und seitliche Dampfleitungsrohr in den Kühler, werden dort kondensiert und tropfen auf den Inhalt der Hülse. Sobald

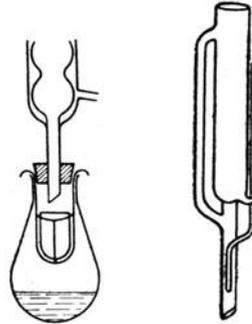


Abb. 226. Extraktion durch Einhängen der Hülse.

Abb. 227. SOXHLET-Apparat.

die entstehende Lösung die Höhe des Heberrohres erreicht hat, wird sie durch dieses nach dem Innern des Kolbens automatisch abgehebert. Dies wird so lange wiederholt, bis sich der gesamte lösliche Anteil herausgelöst hat.

2. Extraktion von Flüssigkeiten. a) Ausschütteln. Zum Ausschütteln verwendet man Scheidetrichter (Schütteltrichter, Abb. 228) von konischer oder zylindrischer Form (Schüttelzylinder mit ccm-Teilung). Sie besitzen eingeschliffene Stöpsel.

Wird eine wäßrige Lösung mit einem spezifisch leichteren Extraktionsmittel (dieses schwimmt auf dem Wasser) ausgeschüttelt, so läßt man die untere Schicht bis zum trennenden Niveau durch den Hahn ab, während die obere durch den Tubus ausgegossen wird. Spezifisch schwerere Extraktionsmittel (z. B. Chloroform) werden einfach unten abgelaassen. Beim Ablassen aus dem Scheidetrichter muß der Stopfen entfernt sein, damit die Luft von oben nachströmen kann. Der Hahn soll nur so weit geöffnet sein, daß die Flüssigkeit ruhig abfließt.



Abb. 228. Scheidetrichter.

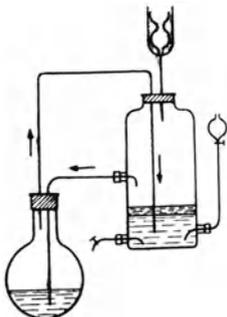


Abb. 229. Perforator nach NEUMANN.

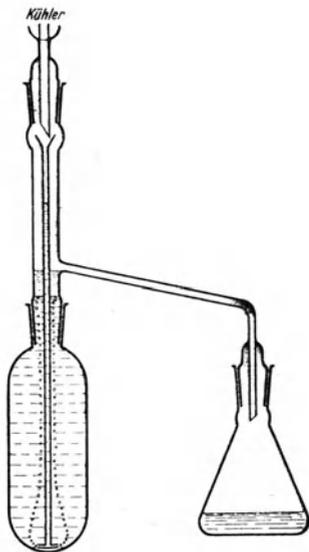


Abb. 230. Flüssigkeitsextraktion nach KUTSCHER-STEUßEL.

Das Ausschütteln einer Lösung muß zumeist (stets mit frischem Extraktionsmittel) öfters wiederholt werden.

Beim Ausschütteln von Emulsionen, die sich nicht wieder in zwei Schichten trennen lassen, kommt man oft durch sehr langes Stehen zum Ziele, oder aber man setzt etwas Alkohol oder eine wäßrige Lösung von Kochsalz oder Ammonsulfat zu.

Beim Durchschütteln, insbesondere mit leichtsiedenden Flüssigkeiten, muß bei gut verschlossenem und umgestülptem Schüttel-

trichter der jetzt nach oben zeigende Hahn hie und da vorsichtig geöffnet werden, um den durch die Handwärme entstandenen Dampf (z. B. Ätherdampf) zu entfernen und damit den geringen Überdruck zu beheben. Dabei ist der Stopfen durch Handdruck fest verschlossen zu halten.

b) Kontinuierliche Flüssigkeitsextraktion. Vorrichtungen, die das Extrahieren durch ein selbsttätiges, dauerndes Ausschütteln erreichen, nennt man Perforatoren. Ein solcher Perforator (nach NEUMANN, Abb. 229) besteht aus einem Kochkolben, der das Extraktionsmittel, z. B. Äther enthält. Die Ätherdämpfe gelangen auf den Boden der Flasche, die die auszuschüttelnde Flüssigkeit enthält, werden kondensiert, lösen dort den zu extrahierenden Stoff heraus, sammeln sich über der Flüssigkeit wieder an und werden zeitweise durch das kurze seitliche Rohr wieder in den Kochkolben zurückgehebert. Ein aufgesetzter Kühler dient zur Kondensation des verdampfenden Äthers. Die extrahierte Flüssigkeit kann durch einen Hahn abgelassen werden. Der Scheidetrichter dient zum Einfüllen neuer zu extrahierender Flüssigkeit.

Ein anderer Extraktionsapparat für die Extraktion mit spezifisch leichteren Extraktionsmitteln (dies ist meist der Fall) ist der von KUTSCHER-STEUEDEL (Abb. 230).

Aus dem Siedegefäß gelangt der Dampf des Extraktionsmittels durch ein Rohr in den Rückflußkühler, wird kondensiert, tropft durch das Trichterrohr (das wegen des Druckes genügend lang sein muß) und tritt durch Kapillaren am unteren Ende desselben in einem dauernden Strom kleiner Tröpfchen aus. Das Extraktionsmittel strömt nun nach oben durch die zu extrahierende Flüssigkeit, sammelt sich auf der Oberfläche der letzteren an und fließt durch das seitliche Ansatzrohr wieder in das Siedegefäß zurück.

Benutzte Literatur:

- HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.
BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.
LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.
WEYGAND: Organisch-chemische Experimentierkunst. 1938.

22. Kristallisieren.

Das Kristallisieren ist eine geeignete Methode zur Reinigung organischer Substanzen.

Die Kristallisation im weitesten Sinne ist der Übergang eines Stoffes aus irgendeinem Aggregatzustand in den kristallinen, z. B. das Erstarren einer Schmelze (Kristallisieren aus dem Schmelzfluß) oder der Übergang aus dem amorphen in den kristallinen Zustand.

Unter Kristallisation im engeren Sinne versteht man den Übergang aus dem gelösten in den festen (kristallinen) Zustand. Davon wird bei der Reinigung von Substanzen durch Umkristallisation Gebrauch gemacht, indem der Stoff gelöst und wieder zur Abscheidung gebracht wird. Dabei bleiben die Verunreinigungen entweder in der Mutterlauge (das ist das von den Kristallen abgetrennte Filtrat) oder sie gehen in dem betreffenden Lösungsmittel gar nicht in Lösung.

Durch den Zusatz von Adsorptionsmitteln gelingt es vielfach, gefärbte und andere Verunreinigungen zu entfernen. Die meisten Stoffe sind in der Hitze leichter löslich, kristallisieren daher beim Erkalten der heiß gesättigten Lösung aus.

Die Wahl des rechten Lösungsmittels ist für das Umkristallisieren von allergrößter Bedeutung. In Frage kommen: Wasser, Salzsäure, konz. Schwefelsäure und organische Lösungsmittel, wie Aceton, Äther, Methyl- und Äthylalkohol, Benzol, Toluol, Chloroform, Essigsäure, Nitrobenzol, Pyridin u. a. (siehe S. 92).

Durch Mischen zweier verschiedener Lösungsmittel erzielt man oft gerade die zum Umkristallisieren geeignete, größte Löslichkeit.

Vor dem Beginn ist es notwendig, durch Vorproben die Löslichkeit und das Kristallisationsvermögen der betreffenden Substanz in den verschiedenen Lösungsmitteln festzustellen. Die Kristalle sollen sich in gut filtrierbarer Form abscheiden; sehr feine, schwammige Kristalle lassen sich schlecht auswaschen. Es gibt Fälle, bei denen das Lösungsmittel in die sich abscheidenden Kristalle eintritt. Man kennt außer den Substanzen mit Kristallwasser auch solche mit Kristallbenzol, Kristallalkohol u. ä.

Von größter Wichtigkeit ist, daß das Lösungsmittel indifferent gegen den zu lösenden Stoff ist, d. h. keinen chemischen Einfluß auf diesen ausübt.

Als Reinheitsnachweis für die kristallisierte Substanz gilt bei anorganischen Stoffen meist eine Analyse, bei organischen Körpern in der Regel der Schmelzpunkt. Man kristallisiert daher solange wiederholt um, bis ein konstanter Schmelzpunkt erreicht ist.

1. Reinigungsmethoden. Gefärbte Verunreinigungen gehen häufig beim Umkristallisieren nicht in die Mutterlauge, sondern haften hartnäckig an den Kristallen. Diese Verunreinigungen entfernt man durch folgende Methoden:

a) Entfärbung durch Adsorptionsmittel. Das Adsorptionsmittel wird zu der heißen Lösung zugesetzt, diese damit meistens noch aufgeköcht und filtriert. Das Adsorptionsmittel

nimmt die Verunreinigung auf. Man sucht mit einer möglichst geringen Menge an Adsorptionsmittel zu arbeiten, da es auch die zu reinigende Substanz absorbieren kann, wodurch Verluste entstehen. Die Adsorptionskraft ist auch von dem Lösungsmittel, in dem gearbeitet wird, abhängig.

Adsorptionsmittel: Tierkohle. Bei Verwendung von Tierkohle ist darauf zu achten, daß dieselbe Siedeverzüge heftig auslöst; man gebe sie daher nie zu möglicherweise überhitzten Flüssigkeiten. Nach dem Zusatz wird noch 1 Minute im Sieden gehalten. Beim Abfiltrieren kommt es häufig vor, daß kleinste Teilchen der Tierkohle durch das Filter gehen. Abhilfe durch Anwendung dichter Filterpapiere oder mehrmaliges Filtrieren durch dasselbe Filter. Es ist auf jeden Fall zu empfehlen, die erhaltene Kristallmasse nochmals ohne Tierkohle umzukristallisieren.

Fullererde (Bleicherde, bestehend aus einem Aluminium-Magnesium-Silicat).

Kieselgur. (Ist fast reines Siliciumdioxid.) Kieselgur vermag ganz feine Trübungen ausgezeichnet zu binden. Man setzt zu je 100 ccm Flüssigkeit eine Spatelspitze davon zu und läßt anschließend noch $\frac{1}{2}$ Minute aufkochen, schüttelt um und filtriert sofort, bevor sich die Kieselgur zu Boden gesetzt hat.

Talkum. (Ist ein Magnesiumhydro-silicat.)

b) Klärungsmethoden. Sie beruhen auf der Ausfällung von Verunreinigungen. Man erzeugt also in der betreffenden Lösung eine Fällung, z. B. durch Zusatz von Bleiacetat, und fällt letzteres wieder mit Sodalösung aus. Zugleich mit dem erzeugten Niederschlag wird die kristallisationsstörende Verunreinigung mitgerissen.

c) Zerstörung der Verunreinigung. Diese Methode ist nur dann anwendbar, wenn nicht die zu reinigende Substanz gleichzeitig angegriffen wird. So dienen beispielsweise Oxydationsmittel, wie Kaliumpermanganat, Chlorkalk, Wasserstoffsuperoxyd, oder Reduktionsmittel, wie schweflige Säure u. a., zum Entfärben von Lösungen.

d) Umfällen von Substanzen. Man löst z. B. den zu reinigenden Stoff in Eauge, filtriert die Lösung und fällt aus ihr durch Zusatz von Säure den Stoff wiederum aus. Die Zwischenlösung kann gegebenenfalls durch die beschriebenen Methoden entfärbt werden.

2. Umkristallisieren. Die Substanz wird in dem Lösungsmittel in einem Kolben gelöst. Während des Siedens (Anwendung eines Rückflußkühlers) ist darauf zu achten, daß das Lösungsmittel in lebhaftem Sieden gehalten und möglichst gerührt wird.

Sollten sich geringe grobkörnige Reste nur schwer lösen, so setzt man kein weiteres Lösungsmittel zu, sondern filtriert davon ab. Nachdem sich manche Stoffe an und für sich schwer lösen, muß mit der Zugabe neuer Lösungsmittelmengen längere Zeit gewartet werden. Man beginnt mit einer zur völligen Lösung voraussichtlich unzureichenden Flüssigkeitsmenge, und erst wenn keine Änderung mehr zu bemerken ist, gibt man (durch den Rückflußkühler) portionenweise, ohne das Sieden zu unterbrechen, neue Mengen zu, die man vorher abmißt.

Bei kleinen Ansätzen ist es besser, nicht mit gesättigten Lösungen zu arbeiten, man erhält auf diese Weise eine sehr reine Substanz.

Adsorptionsmittel soll man erst zusetzen, wenn die ganze Substanz in Lösung gegangen ist.

Die heiße Lösung wird durch ein Faltenfilter, das sich in einem weiten Trichter mit ganz kurzem Hals befindet und mit dem Lösungsmittel angefeuchtet wurde, filtriert. Bei schwerlöslichen Substanzen, die bei geringer Temperaturerniedrigung bereits ausfallen, verwendet man eine Heizvorrichtung für den Trichter. Kommt es bereits während des Filtrierens zum Auskristallisieren auf dem Filter, ist die Operation zweckmäßig abzubrechen.

Das Filtrat wird in einem untergestellten Kolben aufgefangen. ERLÉNMEYER-Kolben, die solche heiße Lösungen enthalten, dürfen nicht luftdicht verschlossen werden, da sie beim Kühlen unter dem Druck der Atmosphäre zusammenbrechen können.

Die Kristallisation kann erfolgen:

a) Aus gesättigter Lösung. Die Substanz kristallisiert aus dem Filtrat beim Erkalten desselben aus. Zur Erzielung großer Kristalle muß das Abkühlen langsam erfolgen.

Falls die Kristallisation unterbleibt kommt es zur Bildung übersättigter Lösungen. Um dies zu verhindern und um ganz allgemein die Kristallisation zu beschleunigen, hat man folgende Mittel: Abkühlen auf tiefere Temperaturen durch Einstellen in Eis, in eine Kältemischung oder einen Kühlschränk; Schütteln; Kratzen der inneren Gefäßwände mit einem Glasstab; Impfen (Zugeben) mit kleinen Kriställchen der betreffenden reinen Substanz.

Sehr niedrig schmelzende Stoffe müssen sehr langsam abgekühlt werden, um ölige Abscheidungen zu vermeiden.

b) Durch Abdunsten des Lösungsmittels. Diese Methode muß angewandt werden, wenn die Lösung nicht genügend konzentriert ist und auf andere Weise keine Kristallisation erzielt werden kann. Das Lösungsmittel wird teilweise abgedunstet oder abgedampft.

c) Durch Zusatz anderer Lösungsmittel. Die Substanz wird in einem Lösungsmittel von großem Lösungsvermögen gelöst. Das Filtrat wird mit einem zweiten Lösungsmittel versetzt, in dem die Substanz schwer löslich ist, so daß deren Löslichkeit im ersten Lösungsmittel herabgemindert wird. Doch darf nur so viel von dem zweiten Lösungsmittel zugesetzt werden, daß in der Hitze höchstens eine schwache Trübung entsteht und erst beim Erkalten die Kristallisation stattfindet.

d) Durch Aussalzen. Die Löslichkeit der auszuscheidenden Substanz (vor allem in Wasser) kann auch durch Zusatz von anorganischen Salzen verringert werden. Hiervon macht man vielfach Gebrauch bei der Abscheidung von Seifen, Farbstoffen u. ä.

Zum Aussalzen verwendet man: Kochsalz, Natriumsulfat, Calciumchlorid. Man setzt dabei entweder eine konzentrierte Lösung oder aber das Salz in fester Form zu.

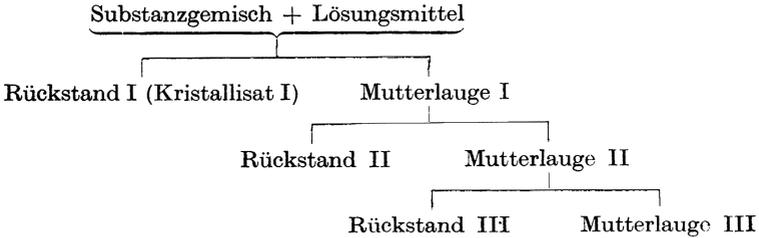
Die *Trennung der ausgeschiedenen festen Substanz von der Mutterlauge* geschieht durch Absaugen und Auswaschen oder durch Zentrifugieren bzw. Abpressen. Das Auswaschen der Kristalle erfolgt in der Regel mit dem gleichen Lösungsmittel, aus dem umkristallisiert worden ist. Das Waschmittel muß die Kristallmasse gleichmäßig durchtränken (Abstellen des Vakuums, Belüften der Nutsche, Verstreichen eventuell vorhandener Risse in der Kristallmasse, Aufgießen des Waschmittels, langsam durchsickern lassen und dann erneut scharf absaugen). Bei leichtlöslichen Stoffen kann man auch so vorgehen, daß man durch ein anderes, meist niedriger siedendes Lösungsmittel, in dem die Kristalle unlöslich sind, die Mutterlauge verdrängt. Die letzten Reste Lösungsmittel werden durch direktes Trocknen der Kristalle im Trockenschrank oder Exsiccator, bzw. durch Wasserdampfdestillation und anschließendes Trocknen entfernt. Für sehr kleine Substanzmengen eignet sich ein Aufstreichen auf Tonplatten, von denen die Mutterlauge aufgesaugt wird.

3. Fraktionierte Kristallisation. Diese Methode dient zur Trennung zweier Stoffe auf Grund ihrer verschiedenen Löslichkeit in einem Lösungsmittel oder einem Lösungsmittelgemisch.

Man sucht sich durch Vorversuche ein geeignetes Lösungsmittel und kontrolliert jede einzelne Fraktion durch Schmelzpunktbestimmung und Feststellung der Schmelzpunktänderung bei Wiederholung, bis sie einen konstanten Schmelzpunkt aufweist.

a) Fraktionierte Kristallisation durch Verdampfen der Mutterlauge. Das Substanzgemisch wird zunächst unter Anwendung einer etwas größeren Menge Lösungsmittel umkristallisiert. Dadurch wird eine erste Kristallisation erzielt.

Durch Eindampfen der Mutterlauge werden sodann nach und nach weitere Fraktionen anfallen, etwa nach folgendem Schema:



b) **Fraktionierung durch Kristallisation bei verschiedener Temperatur.** Diese Methode ist dann anzuwenden, wenn die Löslichkeit der Bestandteile eines Gemisches sehr von der Temperatur abhängig ist. Die bei der bestimmten Temperatur auskristallisierten Anteile werden jeweils sofort abgetrennt.

4. Kristallformen. Wenn wir uns einen kristallisierten Körper mit freiem Auge oder unter dem Mikroskop betrachten, erkennen wir, ob er einheitlich ist oder ein Gemisch verschiedenartiger Kristalle darstellt. Wir sprechen von Blättchen, Tafeln, Prismen, Nadeln

usw., ohne jedoch auf die genauere Bestimmung des Kristallsystems, nach dem dieser Stoff kristallisiert, einzugehen. Eine solche Bestimmung erfordert große Spezialkenntnis und besondere Hilfsmittel.

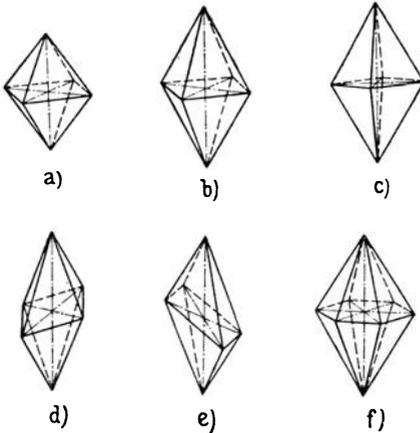


Abb. 231. Kristallsysteme (Grundformen).

Das *Wachstum der Kristalle* erfolgt derart, daß sich auf die vorhandenen Flächen immer neue Schichten von Substanz gleichförmig auflagern. Unvollkommenheiten in der Kristallentwicklung sind nicht selten, besonders dann, wenn sich die Kristalle rasch bilden oder aber die Stoffzufuhr infolge irgend-einer Störung (z. B. Strömung der Lösung) ungleichmäßig wird.

Kristalle werden begrenzt durch Flächen F , Kanten K und Ecken E . Unter ihnen gilt der Satz:

$$E + F = K + 2.$$

Es können auch mehrere Kristallformen ein und desselben Systems zu sog. Durchdringungen oder Zwillingsverwachsungen zusammentreten.

Kristallsysteme. Um die Lage der Kristallflächen im Raum zu bezeichnen, pflegt man dieselben auf Koordinaten, sog. kristallographische Achsen zu beziehen. Man hat auf diese Weise sechs verschiedene Achsensysteme aufgestellt, auf die sich alle möglichen Kristallformen in einfacher Weise beziehen lassen. Als ein Kristallsystem faßt man alle diejenigen Formen zusammen, welche auf ein und dasselbe Achsensystem zurückzuführen sind (Abb. 231).

a) Reguläres System: Drei gleichlange Achsen schneiden sich unter rechten Winkeln, stehen also senkrecht aufeinander (einfache Formen: Würfel, Oktaeder).

b) Tetragonales System: Zwei gleichlange und eine verschieden lange Achse schneiden sich unter rechten Winkeln.

c) Rhombisches System: Drei verschieden lange Achsen schneiden sich unter rechten Winkeln.

d) Monoklines System: Drei verschieden lange Achsen; zwei davon schneiden sich unter schiefen Winkeln, die dritte steht senkrecht auf den beiden ersten.

e) Triklines System: Drei verschieden lange Achsen, die sich alle unter schiefen Winkeln schneiden.

f) Hexagonales System: Vier Achsen; drei davon sind gleich lang und schneiden sich unter Winkeln von 60° . Die vierte ist verschieden lang und steht senkrecht auf den anderen.

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

WEYGAND: Organisch-chemische Experimentierkunst. 1938.

23. Arbeiten mit Gasen.

Über die einfachsten Gasgesetze siehe im Abschnitt „Temperaturmessung“, S. 149.

A. Aufbewahrung von Gasen.

1. Aufbewahrungsgefäße ohne Sperrflüssigkeit. a) Für Atmosphärendruck. Kleinere Gasmengen bewahrt man in *Röhren* oder *Flaschen* auf. In eine auf der einen Seite zugeschmolzenen und evakuierten Röhre wird das Gas eintreten gelassen, worauf sie durch Zuschmelzen verschlossen wird. Oder das Gas wird durch eine an beiden Enden verengte Röhre strömen gelassen und diese durch Zuschmelzen oder Absperren vorhandener Hähne geschlossen.

Im Glas kann eine Gasprobe jahrelang ohne Veränderung aufbewahrt werden.

b) Für hohe Drucke. Hierfür eignen sich starkwandige Glasgefäße, z. B. Schießröhren und Druckflaschen sowie Stahlflaschen.

Da in diesen Gefäßen ein starker Überdruck herrscht, sind besondere Vorsichtsmaßnahmen bei der Entnahme von Gasen einzuhalten und geeignete Ventile anzuschließen.

Die Gase befinden sich in den *nahtlosen Stahlflaschen* („Bomben“) in komprimiertem (verdichtetem, verflüssigtem) Zustand.

Über die Aufstellung der Stahlflaschen siehe S. 2 unter e.

Die Stahlflaschen dürfen nur mit aufgeschraubter Schutzkappe befördert werden, um das Flaschenventil zu schonen. Um den in der Gasflasche herrschenden hohen Druck (bis 200 Atm.)

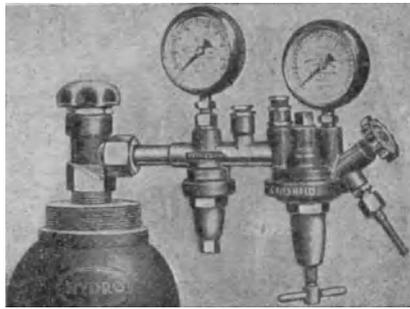


Abb. 232. Bombenkopf mit Reduzierventil und Manometern.

bei der Gasentnahme zu mindern, wird ein Reduzierventil angeschlossen oder ein Feineinstellventil verwendet, welches trotz des hohen Gasdruckes in der Flasche einen gleichmäßigen Gasstrom einzustellen gestattet.

α) Reduzierventil (Druckminderventil, Abb. 232).

Nach dem Abschrauben der Schutzkappe wird durch kurzes Öffnen des Flaschenventils etwa im Anschlußstutzen vorhandener Staub herausgeblasen. Dann überzeugt man sich, ob am Anschlußstück eine einwandfreie Dichtung vorhanden und das Gewinde unbeschädigt ist. Nach dem Aufschrauben des Druckminderventils an das Flaschenventil wird die Überwurfmutter mit einem gutpassenden Schraubenschlüssel fest angezogen und die Regelschraube (welche mit einem Handgriff versehen ist und nach unten zeigt) gelockert. Das seitliche Absperrventil am Druckminderventil muß geschlossen sein. Nun öffnet man langsam das Flaschenventil. Das Inhaltsmanometer zeigt jetzt den

Druck an, welcher in der Stahlflasche herrscht. Durch Hineindreihen der Regelschraube stellt man am Arbeitsmanometer den gewünschten Druck ein und kann nach Anschluß der Versuchsapparatur das Absperrventil öffnen.

Bei kurzen Arbeitsunterbrechungen schließt man höchstens das Absperrventil, während bei längeren Arbeitspausen (über Nacht) das Flaschenventil geschlossen, das Gas aus dem Druckminderventil ausströmen gelassen und die Regelschraube gelockert werden muß.

Das Druckminderventil ist mit einem (nach oben zeigenden) Sicherheitsventil (in der Abbildung zwischen den beiden Manometern ersichtlich) versehen.

β) Feineinstellventile (Nadelventile, Abb. 233) verwendet man dann, wenn Gase unter ganz schwachem Überdruck in die Versuchsapparatur eingeleitet werden sollen. Der Anschluß erfolgt ebenfalls an das Anschlußstück des Flaschenventils. Durch Ein-

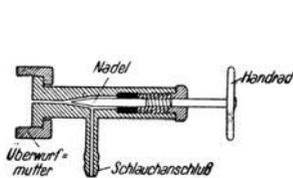


Abb. 233. Feineinstellventil.

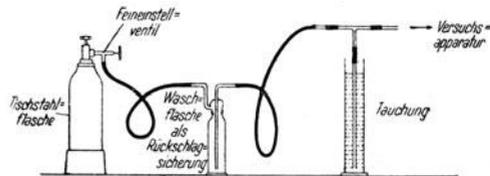


Abb. 234. Tauchung.

schauben einer kegelförmig zugespitzten Nadel wird das Ventil mehr oder weniger geschlossen. Das Flaschenventil wird bei geschlossenem Nadelventil geöffnet. Für alle Gase sind sogenannte Kegelventile aus Aluminiumbronze verwendbar.

Um bei Anwendung eines Feinventils einen Gasüberdruck in der angeschlossenen Apparatur zu vermeiden, wird ein Tauchrohr (T-Rohr) zwischengeschaltet. Der senkrecht angesetzte Schenkel des letzteren taucht in einen mit Sperrflüssigkeit gefüllten Zylinder. Steigt der Druck in der Gasleitung über ein bestimmtes Maß an, entweicht das Gas durch die Sperrflüssigkeit (je länger das Tauchrohr, desto höher kann sich der Druck einstellen). Um ein Zurückschlagen von Sperrflüssigkeit in das Feineinstellventil zu vermeiden, ist zwischen letzterem und die Tauchung eine Waschflasche zu schalten, deren bis zum Boden reichender Glasrohrschenkel direkt mit der Tauchung verbunden ist (Abb. 234).

Die Anschlußmuttern der Flaschenventile haben bei brennbaren Gasen (Wasserstoff, Kohlenmonoxyd) Links-, bei nichtbrennbaren (Ammoniak, Sauerstoff, Kohlendioxyd) Rechtsgewinde, damit verkehrte Füllungen, die zu Explosionen führen können, möglichst vermieden werden.

Der Inhalt der Stahlflaschen wird durch Streichen derselben

mit einer vorgeschriebenen Farbe gekennzeichnet, und zwar für Sauerstoff blau, Wasserstoff rot, Stickstoff grün, Acetylen gelb, für alle übrigen Gase grau.

2. Aufbewahrungsgefäße mit Absperrflüssigkeit. Die gebräuchlichsten Sperrflüssigkeiten sind Wasser, gesättigte Kochsalzlösung und Quecksilber.

Luft wird vom Wasser langsam aufgenommen, so daß sich letzteres als Sperrflüssigkeit bei analytischen Arbeiten nur dann eignet, wenn man das Gas sofort nach dem Auffangen analysiert.

Wasser kommt als Sperrflüssigkeit für Sauerstoff, Stickstoff, Luft, Wasserstoff, Methan und Kohlenmonoxyd in Betracht, gesättigte Kochsalzlösung für Kohlendioxyd und Acetylen. Die beste Sperrflüssigkeit ist Quecksilber, denn dieses absorbiert nur minimale Mengen der verschiedenen Gase. Unerläßlich ist es für Schwefeldioxyd, Chlorwasserstoff und Ammoniak. Gase, die sich mit Quecksilber chemisch verbinden, wie z. B. Chlor, Bromdampf, Schwefelwasserstoff, dürfen selbstverständlich nicht über Quecksilber abgesperrt werden. (Vorsicht beim Arbeiten mit Quecksilber, es ist giftig!)

a) Behälter zum Eintauchen in die Sperrflüssigkeit. Man verwendet ein an einem Ende zugeschmolzenes Glasrohr, welches man mit der Sperrflüssigkeit füllt, die Öffnung mit dem Daumen, einem aufgeschliffenen Uhrglas oder einer Glasplatte verschließt und nun das Glasrohr in der Sperrflüssigkeit umstülpt. Als Behälter für letztere dienen Zylinder oder Wannen aus Glas, für Quecksilber aus Porzellan. Das Gas wird durch ein Röhrchen, welches etwas in das Auffangrohr hineinreicht, zugeleitet und füllt das Rohr durch Verdrängen der Sperrflüssigkeit (Abb. 235).

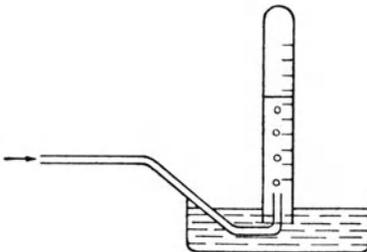


Abb. 235. Auffangen von Gasen.

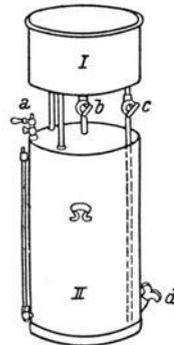


Abb. 236. Gasometer.

b) Gasbehälter mit angeschlossenem Flüssigkeitsgefäß. 1. Die als *Gasometer* (Abb. 236) bezeichneten Gasbehälter sind metallene oder gläserne Aufbewahrungsgefäße für größere Gasmengen. Als Absperrflüssigkeit dient meist Wasser.

Ein Laboratoriumsgasometer besteht aus zwei getrennten Behältern, die durch Röhren miteinander verbunden sind. Durch Regulierung mittels eines Hahnes kann daraus ein gleichmäßiger Gasstrom entnommen werden.

Füllung des Gasometers: Der untere Tubus (*d*) wird geschlossen, der obere seitliche Hahn (*a*) geöffnet, wodurch das untere Gefäß II mit der Außenluft in Verbindung steht. Nun füllt man das obere Gefäß I mit Wasser, öffnet die Hähne der beiden Verbindungsrohren (*b* und *c*), damit sich das Gefäß II vollständig mit Wasser füllen kann. Nachdem dies geschehen ist, werden sämtliche Hähne (*a*, *b* und *c*) geschlossen, der untere Tubus (*d*) geöffnet und hier ein Schlauch eingeführt, durch den das Gas (z. B. aus einer Bombe) eingeleitet wird. (Aus dem Zuleitungsschlauch muß vor Einführung in den Tubus die Luft vollständig verdrängt sein.) Das verdrängte Wasser läuft bei (*d*) aus (deshalb Einstellen des Gasometers in eine Schale und Ableiten des ausfließenden Wassers in den Abfluß), während sich das untere Gefäß II mit dem Gas anfüllt. Erst wenn darin nur noch ein geringer Wasserstand vorhanden ist, wird die Gaszuleitung unterbrochen, der Tubus geschlossen und das obere Gefäß I erneut mit Wasser gefüllt. Aus dem so hergerichteten Gasometer wird das Gas durch Öffnen des oberen seitlichen Hahnes (*a*) entnommen, nachdem der Hahn (*c*) an dem langen, fast bis zum Boden des unteren Gefäßes reichenden Rohr geöffnet worden ist. Das Wasser fließt aus dem oberen Gefäß in das untere (vorhandener Druck), wodurch das Gas aus dem letzteren verdrängt wird. Dabei ist darauf zu achten, daß das obere Gefäß nie leer läuft (rechtzeitig nachfüllen!). Wird der Gasometer mit einem anderen Gas gefüllt, ist die Sperrflüssigkeit zu erneuern (die alte Sperrflüssigkeit enthält etwas von dem Gas der vorhergehenden Füllung gelöst) und der Gasometer vollkommen mit Sperrflüssigkeit zu füllen, so daß kein Gasrest zurückbleibt.

2. Gasbehälter mit Niveaugefäß bestehen aus einem unten mit einem Rohransatz, oben mit einem Hahnrohr versehenen Gefäß. Vom Rohransatz führt ein Schlauch zu einem Behälter, der zur Aufnahme der Sperrflüssigkeit dient.

Als Beispiel diene das Azotometer (Abb. 237), das als Sperrflüssigkeit Kalilauge enthält und zur Aufnahme von Stickstoff, von der Verbrennungsanalyse herrührend, benötigt wird. Das vom Stickstoff mitgeführte Kohlendioxyd wird durch die Kalilauge absorbiert, während sich der reine Stickstoff über derselben ansammelt und dort gemessen wird (das Meßrohr trägt Kubikzentimeterteilung). Die Füllung geschieht durch Öffnen des oberen Hahnes und Heben der

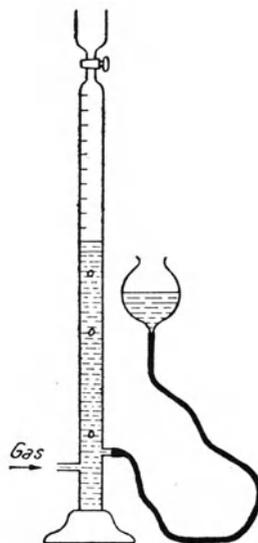


Abb. 237. Azotometer.

gefüllten Niveaueugel, so daß die Flüssigkeit schließlich etwas durch den Hahn in den oberen Ansatz steigt. Nun wird der Hahn geschlossen und das Niveaugefäß in seine normale Lage gebracht (Einhängen in einen Eisenring). Durch den einleiteten Stickstoff wird die Kallilauge aus dem Rohr verdrängt.

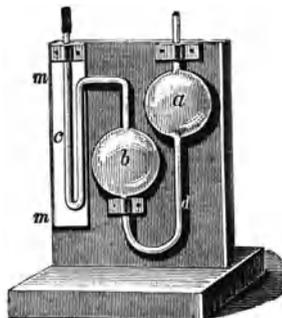


Abb. 238. Gaspipette.

Für die richtige Ablesung des Stickstoffvolumens muß nach halbstündigem Stehen in einem Raum mit gleichmäßiger Temperatur das innere Niveau (des Rohres) und das äußere Niveau (im Niveaugefäß) auf gleiche Höhe gebracht werden, was man durch Verschieben des Niveaugefäßes erreicht. Selbstverständlich müssen Temperatur und Barometerstand gleichzeitig abgelesen werden.

3. *Gaspipetten* dienen im allgemeinen nur zur vorübergehenden Auf- und Entnahme von Gasen, namentlich zum Zwecke der Untersuchung. Es sind also Apparate, die zur Aufnahme eines bestimmten Gasvolumens dienen und mit Hilfe leicht lösbarer Verbindungskapillaren an die Gasbüretten angeschlossen werden können.

Die Gaspipette (Abb. 238) besteht aus zwei Glaskugeln *a* und *b*, die durch ein gebogenes Rohr *d* miteinander verbunden sind. An die tiefere Kugel *b* schließt sich eine heberartige Kapillare *c* an, die einige Zentimeter über das Stativ, auf dem die Pipette befestigt ist, hinausragt und in ein Stück Kapillarschlauch endigt.

Die Kugel *a* faßt zirka 100 ccm, die Kugel *b* 150 ccm.

Füllen der Gaspipette: Die Absorptionsflüssigkeit wird durch einen Trichter in die weite Rohrmündung der äußeren Kugel *a* eingefüllt und hierauf durch die Kapillare die in der mittleren Kugel befindliche Luft angesaugt (mit dem Munde), bis der Flüssigkeitsstand in der Kapillare ungefähr die Höhe der oberen Rohrbiegung erreicht hat. Dann ist die mittlere Kugel mit Flüssigkeit angefüllt, während die äußere Kugel nahezu leer ist und genügend Raum bietet, um beim Einfüllen des Gases die aus der mittleren Kugel verdrängte Flüssigkeit aufzunehmen. Während des Gebrauches wird der Schlauchansatz mit einem Quetschhahn verschlossen.

3. **Aufbewahrung verflüssigter Gase.** Diese erfolgt in Stahlflaschen oder DEWAR-Gefäßen.

B. Herstellung von Gasen im Laboratorium.

1. **Gasentwicklungsapparate.** a) Eine einfache Vorrichtung besteht aus zwei unten tubulierten Flaschen, die durch einen Schlauch miteinander verbunden sind. Die eine Flasche enthält die feste Substanz, die andere Flasche die zur Einwirkung gelangende Säure. Durch Heben dieser Flasche gelangt die Säure

in das erste Gefäß und das Gas, das sich nun entwickelt, entweicht durch einen Hahn aus der ersten Flasche. Der Vorteil dieser Anordnung liegt darin, daß die Säure nach der Benutzung durch Senken der zweiten Flasche wieder in letztere zurückgeführt werden kann und verbrauchte Säure leicht durch frische ersetzbar ist.

b) Der *KIPPSche Apparat* (Abb. 239) setzt sich zusammen aus einem oberen kugelförmigen Teil, der ein sich etwas verjüngendes Ansatzrohr besitzt, welches fast bis zum Boden des unteren Teiles reicht. Unterhalb der Kugel ist das Ansatzrohr in den unteren Teil des KIPPSchen Apparats eingeschliffen.

Der untere Teil besteht aus einem etwas größeren kugelförmigen Gefäß (mit dem Gasableitungshahn), das nach unten in einen erweiterten halbkugelförmigen Raum (mit Tubus nahe dem Boden) übergeht. In die Verengung zwischen Kugel und Halbkugel, durch die das Ansatzrohr des oberen Teiles hindurchreicht, wird vorteilhaft eine Siebplatte zum Auflegen des festen Materials eingesetzt. Die oberste Kugel ist durch ein Sicherheitsrohr abgeschlossen. Bodentubus und Gasableitungrohr und -hahn sollen durch einen Draht gesichert sein.

Gefüllt wird der Kipp durch den seitlichen Hahnstutzen oder durch teilweises Herausziehen des oberen Teiles, damit gerade nur genügend Raum zwischen den Schliffstellen entsteht, um die Stücke des festen Materials einzuwerfen. Nachdem dies geschehen ist, wird der obere Teil wieder in die rechte Lage gebracht. Der Tubus, der zum Entleeren ausgebrauchter Säure dient, muß geschlossen sein. Nun wird der Ableitungshahn geöffnet und in die obere Kugel soviel Flüssigkeit eingefüllt, daß der feste Stoff im Mittelteil des Apparats eben von ihr bedeckt ist, worauf der Hahn wiederum geschlossen wird. Durch die Berührung von Flüssigkeit und festem Material wird das geforderte Gas entwickelt, welches die Säure in den untersten Teil, aus dem sie durch das Ansatzrohr nach oben steigt, verdrängt. Demzufolge hört aber die Gasentwicklung in kurzer Zeit auf. Zur Gasentnahme wird der Hahn geöffnet, das Gas entweicht und die Flüssigkeit sinkt wieder von oben herab und steigt von dort in den Mittelteil, wo sofort neues Gas entwickelt wird.

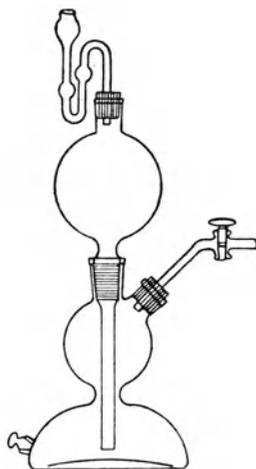


Abb. 239.
KIPPScher Apparat.

Nachteile des KIPPSchen Apparats: Nach kürzerer oder längerer Nichtbenutzung ist der Apparat selten gebrauchsfähig. Die dem Füllmaterial zuströmende Säure wird beim Anstellen durch das nachentwickelte Gas verdrängt, wodurch die nur zum Teil verbrauchte Säure mit frischer gemischt wird. Daraus ergibt sich ein vorzeitiger Verbrauch der Reagenzien.

Der KIPPSche Apparat hat bereits viele Abänderungen und Verbesserungen erfahren.

Bei dem Gasentwickler nach HONISCH (Abb. 240) tritt keine Mischung von frischer und verbrauchter Säure ein. Füllung und Reinigung des Apparats sind leicht möglich, ohne ihn auseinander nehmen zu müssen.

c) Die Reaktionssäule nach SEIDEL (Abb. 241, Herstellerfirma Greiner & Friedrichs, Stützerbach), welche nicht nur zur Gasentwicklung, sondern auch zur Darstellung flüssiger Reaktionsprodukte durch Mischen von Flüssigkeiten oder Umsetzen von Flüssigkeiten mit Gasen im Gegenstrom, zur Reinigung und Trocknung von Gasen, zur Sättigung von Flüssigkeiten mit Gasen u. a. verwendet werden kann.

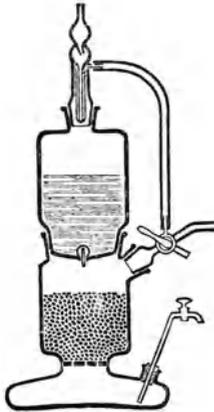


Abb. 240.
Gasentwickler nach
HONISCH.

Beim Gebrauch als Gasentwickler (durch Mischen zweier Flüssigkeiten) füllt man die Reaktionssäule bei eingesetzter Siebplatte bis zu drei Viertel der Höhe mit Glasperlen und setzt die Kappe mit den beiden Zulaufgefäßen auf. Nun verschließt man den unteren Hahn und läßt die Flüssigkeiten aus den oben offenen Zulaufgefäßen langsam eintropfen, indem man die oberen Hähne gleichzeitig aufdreht. Nachdem die Luftreste vollständig verdrängt sind und das Flüssigkeitsgemisch bis zur Hälfte angestiegen ist, läßt man nach Öffnen des unteren Hahnes das Restgemisch kontinuierlich abfließen. Das Gas tritt durch ein

oben befindliches (nach vorn zeigendes) Ansatzrohr aus.

Ist Erwärmung nötig, kann der Heizmantel eingeschaltet werden.

d) Man läßt die Säure aus einem Tropftrichter auf die in einem Kolben befindliche Substanz tropfen. Der Kolben trägt außerdem durch eine zweite Bohrung des Stopfens das Gasableitungsrohr. Diese Methode ist für die Gasentwicklung aus Flüssigkeiten sehr

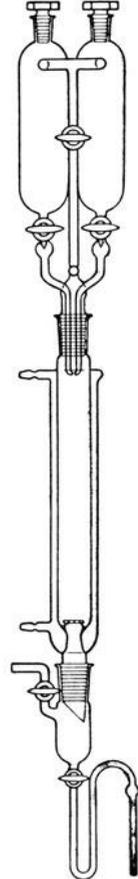


Abb. 241.
Reaktionssäule nach
SEIDEL.

gut geeignet. Der Gasstrom wird durch die Geschwindigkeit des Zutropfens reguliert.

2. Herstellung der wichtigsten Gase im Laboratorium. *Sauerstoff*: Einwirkung von Kaliumbichromat oder Kaliumpermanganat auf Wasserstoffsuperoxydlösung. Auf je 100 ccm 3%ige Wasserstoff-superoxydlösung setzt man 15 ccm konz. Schwefelsäure zu (Kipp).

Wasserstoff: Stängenzink + 20%ige Schwefelsäure oder verd. Salzsäure 1 : 1 (Kipp).

Chlor: Kaliumpermanganat + konz. Salzsäure (spez. Gew. 1,16) unter Kühlung. (Auf 10 g Kaliumpermanganat verwendet man 60 bis 65 ccm Salzsäure und erhält 11,2 g Chlor.)

Einwirkung von Salzsäure 3 : 1 auf Kaliumbichromat in Gasentwicklungsflaschen (gegen Ende erwärmen). Im Kipp: Salzsäure (Dichte: 1,124) auf Chlorkalkwürfel.

Kohlendioxyd: Marmor + Salzsäure 1 : 1 (das Gas ist luftfrei, wenn Marmor und Wasser vorher ausgekocht wurden); Kipp.

Chlorwasserstoff: Konz. Schwefelsäure zu konz. Salzsäure fließen lassen oder umgekehrt. Schwefelsäure + Ammonchloridstücke (Kipp).

Schwefelwasserstoff: Schwefeleisen + Salzsäure 1 : 1 (Kipp).

Schwefeldioxyd: Natriumbisulfit in Stücken + Schwefelsäure (Kipp).

Ammoniak: Konz. Ammoniakwasser + Lauge.

Alle diese Gase, mit Ausnahme von Chlorwasserstoff und Schwefelwasserstoff, können in komprimiertem Zustand in Stahlflaschen bezogen werden.

C. Waschen und Trocknen von Gasen.

Das Reinigen des Gases wird fast stets mit dem Trocknen verbunden, bzw. findet anschließend an das Waschen ein Trocknen statt. Zu diesen Zwecken wird das Gas durch das Wasch- und Trockenmittel geleitet.

1. Wasch- und Trockenapparate. a) Apparate für flüssige Wasch- und Trockenmittel. Die am häufigsten gebrauchten *Gaswaschflaschen* sind mit der jeweils geeigneten Flüssigkeit teilweise angefüllt. Sie bestehen aus einfachen Standflaschen mit weitem Hals, die durch einen Gummistopfen mit doppelter Bohrung verschlossen sind, durch den das Gaszuleitungsrohr bis nahe auf den Boden und ein kurzes Gasableitungsrohr reichen. An Stelle der Flaschen mit Gummiverbindung sind solche mit eingeschlifffenem Glasstopfen, in den das Zu- und Ableitungsrohr eingeschmolzen sind, vorteilhafter (Abb. 242).

Das durchgeleitete Gas ist bei dieser Ausführung nur kurze

Zeit mit der Flüssigkeit in Berührung. Um den Effekt zu steigern, kann man entweder die Gasverteilung in der Flüssigkeit verbessern, indem man

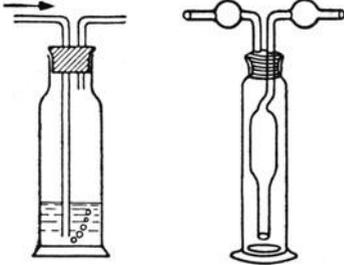


Abb. 242. Gaswaschflaschen.

das Gas aus mehreren kleinen, angeschmolzenen Kapillaren oder durch eine Sinterglasplatte austreten läßt, oder aber man verlängert den Weg, den das Gas in der Flüssigkeit zurücklegen muß. Letzteres geschieht durch Beschicken der Waschflasche mit Glasperlen oder Glasrohrstückchen, wodurch dem aufsteigenden Gas Hindernisse entgegengesetzt werden, oder man bringt in der Waschflasche einen Glaskörper an, der verursacht, daß

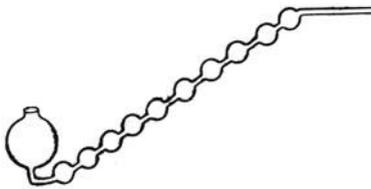


Abb. 244. Kugelrohr.

das Gas einen spiralförmigen Weg durch die Flüssigkeit machen muß (Waschflaschen nach dem Schraubenprinzip, Abb. 243).

Den gleichen Erfolg zeigen *Kugelröhren* (Abbildung 244).

Um besonders bei analytischen Arbeiten die Raschheit des Gasstromes zu kontrollieren, schaltet man einen *Blasenzähler* ein. Dieser ist nach dem Prinzip der Waschflaschen gebaut, nur kleiner als diese. Bei Anwendung von Waschflaschen ist aber zumeist ein eigener Blasenzähler überflüssig, da man in der Waschflasche die Geschwindigkeit des Gasstromes beobachten kann.

Zur Reinigung größerer Gasmengen benutzt man *Rieseltürme* (Abb. 245), in denen die Flüssigkeit fein verteilt von oben nach unten rieselt, während das Gas entgegenströmt. Auch sie können gegebenenfalls mit Glasrohrstückchen, Bimsstein oder Tonstücken (im Betrieb *RASCHIG-Ringe*) gefüllt sein, um einerseits dem zu raschen Herabrieseln der

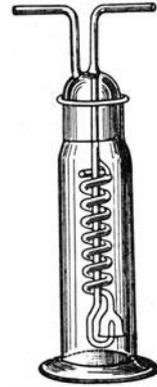


Abb. 243. Waschflasche nach dem Schraubenprinzip.

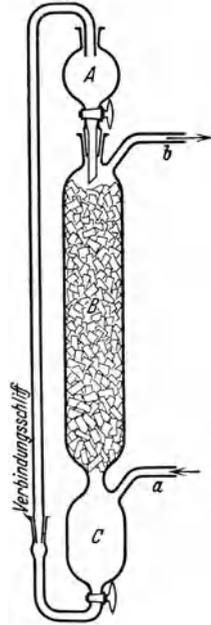


Abb. 245.

Flüssigkeit entgegenzuwirken und anderseits dem durchströmenden Gas Hindernisse in den Weg zu legen, wodurch eine länger dauernde Berührung zwischen Gas und Flüssigkeit gewährleistet wird.

Die Absorptionsflüssigkeit rieselt aus dem Tropftrichter *A* durch den Absorptionszylinder *B* und sammelt sich im Gefäß *C*, welches wiederum durch ein Glasrohr mit dem Tropftrichter verbunden ist. Das Gas tritt bei *a* ein und verläßt den Absorptionszylinder bei *b*. Sobald sich *C* gefüllt hat, werden die Hähne des Tropftrichters und des Austrittsrohres *b* geschlossen. Durch das weiter einströmende Gas wird der Druck so stark erhöht, daß die Flüssigkeit in den Tropftrichter hinaufgedrückt wird. Dann werden beide Hähne wieder geöffnet.

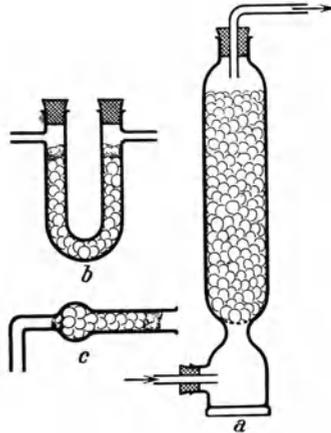


Abb. 246. Gastrockengeräte.
a) Trockenturm, b) U-Röhre, c) Trockenröhrchen.

b) Apparate für feste Trockenmittel. In Verwendung sind *Trockentürme*, die ähnlich den Wasch-

flaschen aus einem zylindrischen Gefäß bestehen, in das das Gas unten eingeleitet wird, durch die kleinen Zwischenräume des locker auf einem Sieb aufgeschichteten festen Trockenmittels strömen muß und schließlich oben durch ein Röhrchen austritt (Abb. 246 a).

Bei den *U-Röhren* (Abb. 246 b) muß das feste Trockenmittel durch eingedrückte Watte oder Glaswolle am Verrutschen in die Ansatzröhrchen verhindert werden. Verschluss werden U-Röhren durch Korke, die mit Siegellack abgedichtet sind, oder durch Glashähne, die den Vorteil haben, daß die Röhren nach dem Gebrauch bequem abgeschlossen werden können. Gewöhnliche U-Röhren werden durch kurze Gummischläuche und Glasstabstückchen verschlossen.

Die *Trockenröhrchen* (Abb. 246 c) zeigen eine gerade Form mit oder ohne kugelförmigen Erweiterungen. Sie dienen meist als Abschlußröhrchen für zusammengebaute Apparaturen und haben den Zweck, Luftfeuchtigkeit und Luftkohlendensäure abzuhalten. Sie sind daher auf der einen Seite mit Chlorcalcium, in der anderen Hälfte mit Natronkalk (mit Natronlauge gelöschter Kalk) gefüllt. Die beiden Schichten sind voneinander und gegen die Anschlußröhrchen wieder durch Watte oder Glaswolle abgetrennt. Der Abschluß erfolgt durch Stopfen, durch die kleine Röhrchen führen.

2. Tabelle der wichtigsten Wasch- und Trockenmittel für Gase.

Gas	Waschflüssigkeit	Trockenmittel
Sauerstoff	—	Schwefelsäure, Phosphorpentoxyd
Wasserstoff	Gesättigte Kalium- permanganatlösung und Ätzkalilauge	Schwefelsäure
Chlor	Gesättigte Kalium- permanganatlösung	Schwefelsäure, Calciumchlorid
Kohlendioxyd	Wasser, Natrium- bicarbonatlösung	Schwefelsäure, Phosphorpentoxyd
Stickstoff	Alkalische Pyrogallollösung	Schwefelsäure
Chlorwasserstoff . . .	—	Schwefelsäure
Schwefelwasserstoff .	Wasser	—
Schwefeldioxyd	Wasser	Schwefelsäure
Ammoniak	—	Ätzkalk, Natronkalk, Ätzkali

D. Absorbieren von Gasen.

Unter *Absorbieren* eines Gases versteht man das Aufnehmen und Festhalten desselben durch einen festen Stoff oder eine Flüssigkeit.

Das Gaseinleitungsrohr wird in die in einem Becherglas oder Kolben befindliche Flüssigkeit bis fast zum Gefäßboden eingesenkt und ein langsamer Gasstrom durchgeleitet. Das Einleitungsrohr kann zwecks guter Gasverteilung mit einem Sinterglasröhrchen verbunden werden.

Eine ausgezeichnete Absorption erreicht man durch *Rieselwürme*.

Bei der Sättigung einer Flüssigkeit mit einem Gas ist es von Vorteil, die Flüssigkeit zu kühlen, weil eine Flüssigkeit um so mehr eines Gases auflöst, je kälter sie ist.

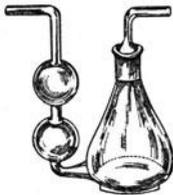


Abb. 247.
Absorptionsgefäß
nach VOLLHARD.

Als besondere *Absorptionsgefäße* dienen die Kugelröhren nach LUNGE und Absorptionsgefäße nach VOLLHARD (Abb. 247), die die Form eines ERLÉNMEYER-Kolbens besitzen, an den ein von unten nach oben gehendes, mit kugelförmigen Erweiterungen versehenes Rohr angesetzt ist, sowie der DREHSCHMIDTSche Absorptionszylinder, der einer Waschflasche ähnelt. Das Gaszuleitungsrohr endet in eine siebartig durchlochte Glasglocke, aus

der das Gas in vielen kleinen Bläschen in die Flüssigkeit austritt.

Absorptionsmittel für Gase. In der angegebenen Reihenfolge erfolgt die Absorption der einzelnen Bestandteile in einem Gasgemisch.

Kohlendioxyd — Litergewicht 1,9769 g; Molarvolumen 22,26 l. Absorptionsmittel: Kalilauge; 250 g möglichst reines Ätzkali werden in Wasser gelöst und auf 1 l aufgefüllt. 1 ccm dieser Lauge enthält zirka 0,21 g KOH und vermag 0,083 g = 42 ccm Kohlendioxyd zu absorbieren. Die Absorption ist in 1 Minute sicher.

Sauerstoff — Litergew. 1,4289 g; Molarvol. 22,34 l. Absorptionsmittel: Alkalische Pyrogalllösung (1 Vol. 25%iger Pyrogalllösung mischen mit dem fünffachen Volumen konz. Kalilauge; 1 ccm absorbiert langsam 12 ccm Sauerstoff) oder feuchter Phosphor.

Kohlenoxyd — Litergew. 1,2502 g; Molarvol. 22,397 l. Absorptionsmittel: Kupferchlorürlösung (200 g Kupferchlorür mit 250 g Ammonchlorid und 750 ccm Wasser in einer verschlossenen Flasche schütteln. Auf 3 Vol. dieser Lösung wird 1 Vol. Ammoniak von der Dichte 0,91 zugesetzt. Aufbewahren über metallischem Kupfer. 1 ccm absorbiert 16 ccm Kohlenoxyd. Sauerstoff und ungesättigte Kohlenwasserstoffe werden ebenfalls absorbiert).

Wasserstoff — Litergew. 0,08987 g; Molarvol. 22,405 l. Absorptionsmittel: In 125 ccm Palladiumlösung (kolloidal, mit 1 bis 2% Pal.) werden 5 g Pikrinsäure, die mit 22 ccm n/1 Natronlauge neutralisiert sind, gelöst. 1 ccm absorbiert zirka 400 ccm Wasserstoff, Dauer der Absorption 20 bis 30 Minuten.

Meist erfolgt die Bestimmung des Wasserstoffes durch Verbrennung. Da 2 Vol. Wasserstoff und 1 Vol. Sauerstoff 0 Vol. Wasser (flüssig) ergeben, entsprechen zwei Drittel der Volumsverminderung dem vorhandenen Wasserstoff.

Bei einem Vorhandensein *ungesättigter Kohlenwasserstoffe* ist deren Bestimmung nach der Absorption von Kohlendioxyd einzuschalten. Als Absorptionsmittel dienen rauchende Schwefelsäure (20 bis 25% SO₃-Gehalt; 1 ccm absorbiert z. B. 8 ccm Äthylen) oder Bromwasser, welches ebenfalls stark absorbiert.

E. Gasanalyse.

Die Bestimmung einzelner Bestandteile von Gasgemischen erfolgt in der Regel durch Messen (nicht durch Wägen), die Resultate werden daher in Volumprozent angegeben.

Das Volumen eines Gases ist von Temperatur, Druck und seinem Feuchtigkeitsgehalt abhängig. Bei der technischen Gasanalyse wird ein Gasvolumen in mit Wasserdampf gesättigtem Zustand unter Atmosphärendruck und bei der Temperatur des Arbeitsraumes gemessen. Um aber verschiedene Gase miteinander vergleichen zu können, wird das Volumen jeweils auf den Normalzustand reduziert (korrigiertes oder reduziertes Volumen). Es ist dies das Volumen des trockenen Gases bei 0° und 760 mm Quecksilberstand des Barometers.

Die Reduktionsformel lautet:

$$V_0 = \frac{V \cdot 273 \cdot (B_0 - f)}{(273 + t) \cdot 760}.$$

Darin bedeuten:

- V_0 Gasvolumen im Normalzustand,
 V gemessenes Volumen,
 B_0 auf 0° reduzierter Barometerstand,
 t Temperatur des Arbeitsraumes,
 f Tension des Wasserdampfes bei t° (aus Tabellen zu entnehmen).

B_0 errechnet sich nach der Formel:

$$B_0 = \frac{1 + \beta \cdot t}{1 + \alpha \cdot t} \cdot B$$

worin B der Barometerstand bei t° ,

α der kubische Ausdehnungskoeffizient des Quecksilbers = 0,000181 und

β der lineare Ausdehnungskoeffizient der Skala für Glas 0,0000085 (für Messing 0,0000185) ist.

Bei der Durchführung einer Gasanalyse wird so vorgegangen, daß ein Bestandteil nach dem anderen durch Überführung in eine feste oder flüssige Verbindung entfernt wird. Das Volumen des gesuchten Bestandteiles ergibt sich dann aus der eingetretenen Volumsabnahme.

Tabelle. Tension (Sättigungsdruck) des Wasserdampfes über Wasser in Millimetern.

t°	16	17	18	19	20	21	22	23	24
0,0	13,634	14,530	15,477	16,477	17,535	18,650	19,827	21,068	22,377
0,1	13,721	14,622	15,575	16,581	17,644	18,765	19,948	21,196	22,510
0,2	13,809	14,715	15,673	16,685	17,753	18,880	20,070	21,324	22,648
0,3	13,898	14,809	15,772	16,789	17,863	18,996	20,193	21,453	22,785
0,4	13,987	14,903	15,871	16,894	17,974	19,113	20,316	21,583	22,932
0,5	14,076	14,997	15,971	16,999	18,085	19,231	20,440	21,714	23,060
0,6	14,166	15,092	16,071	17,105	18,197	19,349	20,565	21,845	23,198
0,7	14,256	15,188	16,171	17,212	18,309	19,468	20,690	21,977	23,337
0,8	14,347	15,284	16,272	17,319	18,422	19,587	20,815	22,110	23,476
0,9	14,438	15,380	16,374	17,427	18,536	19,707	20,941	22,243	23,616

(Die Fortsetzung der Tabelle siehe im Chemiker-Taschenbuch!)

Die Bestimmung erfolgt entweder nach Absorptionsmethoden, wobei der zu bestimmende Bestandteil durch ein Absorptionsmittel entfernt wird, oder durch Verbrennung des Gases mit Sauerstoff.

Über die *Probenahme* von Gasen siehe im Abschnitt: Probenahme, S. 217.

Messen und Analysieren der Gase.

1. In Gasbüretten. Gasbüretten bestehen aus zylindrischen Glasröhren, die mit ccm-Teilung versehen und oben sowie unten durch Hähne absperrbar sind. Zur Verkürzung der Röhre kann ein Teil als Kugel oder erweiterter Zylinder gebaut sein. Den wichtigsten Bestandteil bildet der vorhandene Dreiweghahn. Abgelesen wird der tiefste Punkt des Flüssigkeitsmeniskus.

a) BUNTE-Bürette (Abb. 248). Diese besteht aus einer zylindrisch erweiterten Meßröhre *A*, die sich oben in eine Kapillare verengt und mit einem Dreiweghahn *a* gegen den oberen Trichteraufsatz, der eine Marke trägt, abgeschlossen werden kann. Der untere Teil der Meßröhre geht ebenfalls in eine Kapillare über, die durch den Hahn *b* abgeschlossen ist. Der Raum zwischen beiden Hähnen beträgt etwas mehr als 110 ccm. Der Teilstrich 100 fällt mit dem Abschluß des oberen Hahnes *a* zusammen, der Nullpunkt liegt etwas oberhalb des Hahnes *b* und die Teilung ist noch 10 ccm über diesen fortgesetzt. Die Meßröhre hängt in einem Stativ mit leicht lösbarer Klammer. Mit der Meßröhre ist durch den unteren Hahn und einen Schlauch *S* ein Niveaugefäß *E* verbunden.

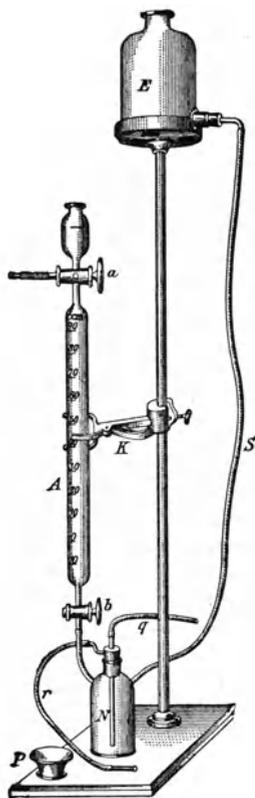


Abb. 248. BUNTE-Bürette.

Vorhanden sind außerdem: ein Napf *P* zur Aufnahme des Absorptionsmittels sowie die Saugflasche *N*, die dazu bestimmt ist, Wasser in die Bürette einzudrücken oder aus ihr abzusaugen.

Handhabung der BUNTE-Bürette. Man füllt die Bürette durch Heben des Niveaugefäßes mit Sperrflüssigkeit, bis sie bei *a* austritt. Dabei muß der Hahn *a* so gestellt sein, daß die Bürette mit der Außenluft verbunden ist. Dann wird die Längsbohrung des Dreiweghahnes *a* mit dem bereits gefüllten Gaszuleitungsrohr verbunden, das Niveaugefäß bis unter die Nullmarke gesenkt und dadurch das Gas in die Bürette eingesaugt. Man saugt etwas mehr als 100 ccm Gas an und stellt erst dann auf die Nullmarke wie folgt ein: Die Saugflasche wird an den Hahn *b* angeschlossen und Wasser in die Bürette eingepreßt, bis sich das Gas auf etwa 95 ccm komprimiert, dann schließt man den Hahn *b*, nimmt die Saugflasche wieder ab und bewirkt durch vorsichtiges Drehen des Hahnes *b* den Wiederausfluß des Wassers genau bis zur Nullmarke. Um den Überdruck in der Bürette

zu beseitigen, öffnet man den Hahn *a* einen Augenblick nach oben, wobei der Gasüberschuß durch das Wasser im Trichteransatz entweicht. Nun enthält die Bürette genau 100 ccm Gas.

Absorption eines Gasbestandteiles: Das in der Bürette befindliche Wasser wird durch die Saugflasche bis zum Hahn *b* abgesaugt, der Hahn geschlossen und nun die Bürettenspitze in den Napf *P*, der die Absorptionsflüssigkeit enthält, eingetaucht. Durch Öffnen des Hahnes *b* dringt Absorptionsflüssigkeit in die Bürette ein. Nach dem Verschuß von *b* faßt man die Bürette am Trichteraufsatz (Öffnung des Trichters und der Ausflußspitze mit den Händen verschließen) und bewegt sie in horizontaler Lage hin und her. Dann wird die Bürettenspitze wieder in den Napf eingetaucht, der Hahn *b* geöffnet, worauf an Stelle des absorbierten Gases Flüssigkeit in die Bürette eintritt. Diese Operation wird wiederholt, und nachdem das Gas unter den richtigen Druck gebracht wurde (aus dem Trichteransatz Wasser in die Bürette einfließen lassen, Hahn *a* nach oben öffnen und das eingeflossene Wasser bis zur Trichtermarke ergänzen), wird abgelesen.

b) HEMPEL-Bürette (Abb. 249). Diese besteht aus zwei zylindrischen Glasröhren von zirka 1,5 cm Weite und 65 bis 68 cm Länge.

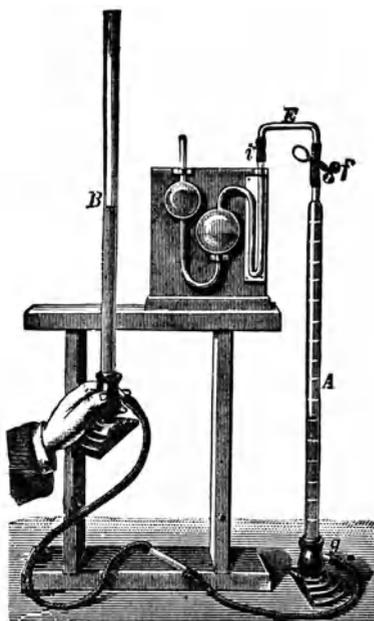


Abb. 249. HEMPEL-Bürette.

Die Meßröhre *A* endet oben in ein 3 cm langes Kapillarrohr von 5 mm äußerem und 1 mm innerem Durchmesser, auf das ein 5 cm langes Stück Kapillarschlauch aufgesteckt ist, das durch einen Quetschhahn *f* verschlossen werden kann. Die Meßröhre ist in Fünftel- oder Zehntelkubikzentimeter geteilt und faßt etwas mehr als 100 ccm. Durch einen Schlauch ist das Meßrohr *A* mit dem Niveaurohr *B*, das oben offen ist, verbunden.

Handhabung der HEMPEL-Bürette. Die mit Wasser gefüllte Niveaurohr *B* wird mit der linken Hand emporgehoben und mit der rechten Hand der Quetschhahn der Meßröhre geöffnet, wodurch sie sich anfüllt und das Wasser auszutreten beginnt. Im Verbindungsschlauch bei *f* dürfen keine Luftblasen mehr vorhanden sein. Nun wird der Schlauch des Quetschhahnes *f* mit dem bereits mit Gas gefüllten Saugrohr verbunden, das Niveaurohr auf den Boden des Zimmers gesetzt und darauf der Quetschhahn wieder geöffnet, wobei unter Rückfluß des Wassers in die Niveaurohr das Gas angesaugt wird. Man läßt

etwas mehr als 100 ccm Gas eintreten, nach 2 Minuten Wartezeit wird das Gas durch Heben der Niveauröhre komprimiert, bis der Wasserstand in der Meßröhre die Nullmarke überschritten hat. Nun klemmt man den Verbindungsschlauch dicht unter der Ansatzstelle mit den Fingern ab, stellt die Niveauröhre wieder tief und läßt durch vorsichtiges Lüften des Schlauches soviel Wasser zurücktreten, bis die Nullmarke eben erreicht wird. Dann öffnet man bei noch immer geschlossenem Verbindungsschlauch einen Augenblick den Quetschhahn der Meßröhre, damit der Überdruck entweichen kann. Jetzt hat man, wovon man sich durch Gleichstellung der Flüssigkeitsoberflächen in beiden Röhren überzeugen kann, genau 100 ccm Gas unter Atmosphärendruck eingefüllt.

Zur Absorption wird das Meßrohr *A* durch das Kapillarrohr *E* mit der Gaspipette verbunden, der Quetschhahn *f* dauernd geöffnet, das Niveauröhr *B* mit der linken Hand hochgehalten und gleichzeitig mit der rechten Hand der Quetschhahn der Pipette geöffnet. Das Gas tritt aus der Meßröhre in die Pipettenkugel über, deren Flüssigkeit in die zweite Pipettenkugel verdrängt wird. Nach der Überführung werden beide Quetschhähne geschlossen und die Pipette abgenommen. Durch gelindes Schwenken der Pipette (nicht heftig durchschütteln!) beschleunigt man die Absorption, die in zirka 2 Minuten beendet ist. Hierauf wird die Pipette wieder mit dem Kapillarrohr *E* verbunden, die Niveauröhre *B* tiefgestellt und das Gas durch vorsichtiges Öffnen beider Quetschhähne in die Meßröhre zurückgefüllt, wobei darauf zu achten ist, daß die Absorptionsflüssigkeit zuletzt bis in den aufsteigenden Schenkel der Pipettenkapillare, nicht aber in die Verbindungskapillare eintritt.

Nach erfolgter Überführung des Gases in die Bürette wird die Pipette wiederum abgenommen und verschlossen. Man stellt das Niveauröhr auf den Boden und wartet das Zusammenfließen des Sperrwassers in der Bürette ab. Nach zirka 2 Minuten hebt man die Meßröhre mit der rechten, dann die Niveauröhre mit der linken Hand empor, bis sich der Flüssigkeitsspiegel in beiden in der Höhe des Auges in gleicher Ebene befindet und liest den Flüssigkeitsstand und damit das Gasvolumen ab.

2. Durch Verbrennung. Das zu analysierende Gas wird nach Entfernung aller absorbierbaren Bestandteile mit einer gemessenen Menge Sauerstoff oder Luft gemischt und das Gemisch in der HEMPELSchen Explosionspipette (mit Quecksilberfüllung) durch einen Induktionsfunken zwischen zwei eingeschmolzenen Platindrähten zur Explosion und dadurch zur Verbrennung gebracht.

3. Technische Gasuntersuchung mit dem ORSAT-Apparat (Abb. 250). Es handelt sich dabei vorwiegend um die Bestimmung von Kohlendioxyd, Sauerstoff und Kohlenoxyd in Rauchgasen.

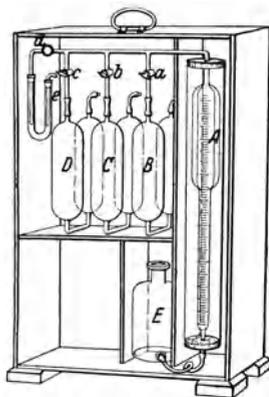


Abb. 250. ORSAT-Apparat.

Die Meßröhre *A* hat einen Fassungsraum von 100 ccm und ist gegen Temperatureinflüsse mit einem wassergefüllten Mantel umgeben. *E* ist eine Niveauflasche, *B*, *C* und *D* sind mit Glasröhrenbündeln gefüllte Absorptionsgefäße, von denen jedes unten mit einem gleich großen Gefäß verbunden ist. Die Hähne *a*, *b* und *c* sind einfache Glashähne, die von einer gemeinsamen Kapillare abzweigen, *d* ist ein Dreiweghahn mit Längsbohrung. Das U-Röhrchen *e* ist mit Watte gefüllt, um das durchstreichende Gas vom Staub zu befreien.

Das erste Gefäß *B* wird mit Kalilauge (100 g Ätzkali in 200 g Wasser; für etwa 100 Bestimmungen ausreichend) gefüllt, *C* mit alkalischer Pyrogalllösung (180 g Ätzkali in 300 ccm Wasser, vermischt mit einer Lösung von 12 g Pyrogallussäure in 50 ccm Wasser), *D* mit einer ammoniakalischen Kupferchlorürlösung (250 ccm gesättigte Salmiaklösung werden mit 250 ccm starkem Ammoniak versetzt und in einem Stöpselglas mit Kupferspänen geschüttelt).

Handhabung. Die Hähne *a*, *b* und *c* werden geschlossen und die Meßröhre *A* mittels des Dreiweghahnes mit der Außenluft verbunden. Durch Heben der Niveauflasche *E* wird die Meßröhre *A* bis zur Marke mit Wasser gefüllt. Dann wird die Kapillare mit dem Saugrohr zur Zuführung der Gasprobe verbunden und durch den Dreiweghahn *d* gleichzeitig die Luft entfernt. Durch Senken von *E* und Drehen von *d* um 90° füllt sich die Meßröhre mit der Gasprobe. Nach Abfließen des Wassers bis etwas unter die Nullmarke wird *d* geschlossen und durch Heben von *E* das Gas etwas komprimiert, der Verbindungsschlauch dicht an der Ansatzstelle mit den Fingern zusammengedrückt, *E* wieder gesenkt und durch vorsichtiges Lüften des Schlauches der Wasserüberschuß bis zur Nullmarke austreten gelassen. Schließlich wird *d* einen Augenblick geöffnet, um Atmosphärendruck herzustellen. In der Meßröhre sind jetzt genau 100 ccm Gas. Zur Bestimmung der Kohlensäure wird das Gas in das erste Absorptionsgefäß *B* durch Heben von *E* und gleichzeitigem Öffnen von *a* überfüllt. Der Flüssigkeitsspiegel muß im Absorptionsgefäß auf die Marke eingestellt werden, worauf der Hahn *a* geschlossen wird. Das Ablesen des Volumens erfolgt, nachdem man die Niveauröhre bis zur gleichen Höhe des Meniskus in der Meßröhre gehoben hat. Die Volumsabnahme zeigt den Gehalt an Kohlendioxyd an.

In ähnlicher Weise wird in *C* der Sauerstoff und in *D* das Kohlendioxyd bestimmt.

Als Kontrolle für die Nochbrauchbarkeit der Pyrogalllösung führt man von Zeit zu Zeit eine Luftanalyse durch, die 21% Sauerstoff ergeben muß.

Neben dem ORSAT-Apparat gibt es eine Anzahl anderer ähnlicher Apparate, von denen einige auch selbsttätig arbeiten.¹

Benutzte Literatur:

STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.

¹ Ergänzung dieses Kapitels durch einen neuen Abschnitt „Messung strömender Gase“ siehe S. 269.

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

GATTERMANN: Die Praxis des organischen Chemikers, 26. Aufl. 1939.

WINKLER-BRUNCK: Lehrbuch der technischen Gasanalyse, 5. Aufl. 1927.

Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

Druckschriften der Firmen: Greiner & Friedrichs, Stützerbach; Glasfabrik Sophienhütte, Ilmenau.

24. Arbeiten unter Luftabschluß.

Das Arbeiten unter Luftabschluß macht nur dann einige Schwierigkeiten, wenn dabei gleichzeitig gerührt werden soll.

Für viele präparative Arbeiten ist es vollkommen ausreichend, den in den Kolben eingebauten Rührer in einer langen Führungshülse aus Glas laufen zu lassen. Die Führungshülse taucht in die Flüssigkeit ein, so daß letztere gleichzeitig als Sperrflüssigkeit dient. Der erreichte Abschluß der Luft ist weitgehend und die eventuellen Verluste an entweichendem Flüssigkeitsdampf sind gering. Wichtig ist die gute Zentrierung des Rührers. Das obere aus dem Stopfen herausragende Ende der Führungshülse wird zur Verminderung der manchmal auftretenden Reibung mit wenig Hahnfett geschmiert.

Benötigt man eine vollkommene Abdichtung gegen die Außenluft, bedient man sich eines Quecksilberverschlusses (Abb. 251).

Am Rührer ist eine Glocke angeschmolzen, deren Öffnung in einen oberhalb des Kolbenstopfens angeschmolzenen Napf, der mit Quecksilber gefüllt ist, eintaucht. Um den Rührer einwandfrei zu zentrieren, führt man ihn oberhalb der Quecksilberdichtung noch durch ein Führungsrohr aus Glas, das mit Paraffinöl oder anderen Mitteln geschmiert wird.

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.

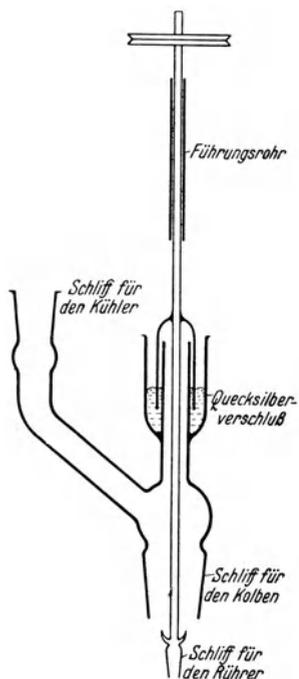


Abb. 251. Rührwerk mit Quecksilberdichtung.

25. Druckmessung.

Als *Druck* bezeichnet man jene Kraft, die auf die Flächeneinheit wirkt.

Die physikalische Einheit für den Druck ist die *Atmosphäre*, und zwar ist 1 Atmosphäre (atm) jener Druck, den eine Quecksilbersäule von 760 mm Länge bei 0° auf eine Fläche von 1 qcm ausübt; er beträgt etwa 1,033 kg.

1 technische Atmosphäre (Atm.) ist der Druck von 1 kg auf 1 qcm.

Auch die die Erde umgebende Luft übt auf alle Körper, die mit ihr in unmittelbare Berührung kommen, einen bestimmten Druck aus, den Luftdruck. Dieser beträgt in Meeresspiegelhöhe 760 mm Quecksilbersäule oder 760 Torr. Der Druck von 1 mm Quecksilbersäule wird 1 Torr genannt.

Gemessen wird der Luftdruck mit dem *Barometer*.

1. Barometer. a) *Quecksilberbarometer*. Taucht man eine einseitig geschlossene, luftleer gemachte Röhre in ein Gefäß mit Quecksilber, so steigt dieses in der Röhre und nimmt je nach dem herrschenden Luftdruck eine bestimmte Höhe ein. Ein an der Röhre befestigter Metermaßstab gestattet die sofortige Ablesung des „Barometerstandes“. Vor jeder Ablesung klopfte man sacht mit dem Finger an das Barometerrohr, um das Hängenbleiben des Quecksilbers zu beseitigen.

Das offene Ende der Barometerröhre endet in ein erweitertes Quecksilbergefaß. Es wird sich also bei der Änderung der Höhe der Quecksilbersäule in der Röhre auch die Höhe des Quecksilberstandes im Gefäß ändern. Bei genaueren Messungen muß nun entweder der Stand im Quecksilbergefaß wieder auf die gleiche normale Höhe gebracht werden oder es muß die Differenz der beiden Oberflächen gemessen werden.

α) *Birnenbarometer* (Abb. 252). Der offene Schenkel der Barometerröhre ist umgebogen und zu einem birnenförmigen Gefäß erweitert. Durch diese Erweiterung wird gegenüber dem Rohr ein vielfach größerer Querschnitt erzielt, so daß sich die Höhe des Quecksilberstandes in der Birne gegenüber dem in der Röhre nur wenig ändert. Für grobe Messungen kann dieser Ablesefehler vernachlässigt werden.

β) Bei den *Gefäßbarometern* (Abb. 253) ist der Boden des unteren Quecksilbergefaßes aus Leder hergestellt. Mit Hilfe einer gegen den Boden drückenden Schraube kann der Boden gehoben oder gesenkt werden, bis die Oberfläche des Quecksilbers im Gefäß wieder

auf die Nullmarke des Maßstabes eingestellt ist. Diese Einstellung muß vor jeder Ableseung vorgenommen werden.

Da der bei hoher Temperatur abgelesene Barometerstand (Ausdehnung des Quecksilbers) höher ist als er bei tiefer Temperatur sein würde, muß für genaue barometrische Messungen gleichzeitig die Temperatur (mittels eines am Barometer angebrachten



Abb. 252. Birnbarometer.

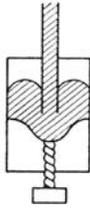


Abb. 253. Gefällbarometer.

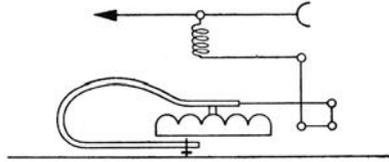


Abb. 254. Aneroidbarometer.

Thermometers) gemessen und eine entsprechende Korrektur vorgenommen werden (siehe S. 202).

b) Metallbarometer (Aneroidbarometer; Abb. 254). Bei diesem wirkt der Luftdruck auf eine luftleere Metalldose mit gewelltem, sehr elastischem Metalldeckel, der in seiner Mitte mit einer Metallfeder verbunden

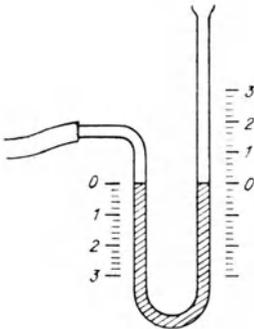


Abb. 255. Offenes Manometer.

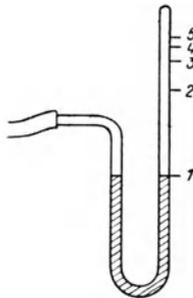


Abb. 256. Geschlossenes Manometer.

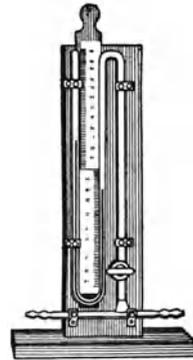


Abb. 257. Vakuummeter.

ist. Über ein Hebelwerk wird die Bewegung der elastischen Teile, die bei Veränderungen des Luftdruckes eintreten, auf einen Zeiger übertragen. Auf demselben Prinzip beruhen auch die selbstschreibenden Barometer.

2. Manometer. Apparate, mit denen man den Druck oder die Spannkraft eines Gases (Ursache ist die Ausdehnbarkeit) in einem Gefäß mißt, nennt man Manometer.

a) Flüssigkeitsmanometer. α) *Offene Manometer* (Abb. 255). Der Druck wird durch die Höhe einer Flüssigkeitssäule gemessen, die das Gas zu heben vermag. Man muß den Flüssigkeitsstand in beiden Schenkeln des Rohres ablesen und beide Werte addieren.

Für kleine Drucke verwendet man zur Füllung Wasser (hat den Nachteil, daß es das Glas benetzt), für größere Drucke Quecksilber (dieses netzt zwar das Glas nicht, hat dafür aber den Nachteil, daß es sehr schwer ist und daher ungenau arbeitet). Die Ablesung erfolgt auf einer dicht hinter dem Rohr angebrachten Skala.

β) *Geschlossene Manometer* (Abb. 256). Die in dem U-Rohr befindliche Flüssigkeit (Quecksilber) wird durch den darauf lastenden Gasdruck zum Teil in den rechts liegenden, geschlossenen Schenkel des Rohres getrieben. Dieser enthält Luft, die zusammengedrückt wird. Aus der Größe des Zusammendrückens kann die Größe des Druckes ermittelt werden. Wird z. B. die Luft auf die Hälfte zusammengedrückt, so steht sie, also auch das Gas in dem an das Manometer angeschlossenen Behälter, unter dem Druck von 2 Atm. Die Verringerung auf ein Drittel der ursprünglichen Länge zeigt einen Druck von 3 Atm. an usw. Das geschlossene Manometer kann für hohe Drucke verwendet werden, allerdings stehen die Angaben für hohe Drucke sehr dicht beieinander.

γ) *Vakuummeter* (Abb. 257). Das Vakuummeter ist eine Vorrichtung zur Messung des Druckes, wenn dieser kleiner als 1 Atm. ist. Es stellt ein abgekürztes Barometer dar, besteht also aus einem luftleeren Rohr, das mit Quecksilber gefüllt ist. Wenn es mit einem nahezu luftleeren Raum in Verbindung steht, ist die Höhe des Quecksilbers in beiden Schenkeln ebenfalls nahezu gleich.

War ein solches Instrument in Verwendung, darf es zur Herstellung der normalen Verhältnisse nur langsam mit der Außenluft verbunden werden, und zwar durch vorsichtiges Öffnen des Hahnes, durch den es abgesperrt werden kann, weil ein zu scharfes Anschlagen des Quecksilbers in der Glasröhre zu Schädigungen führt. Um ein Zerschlagen der Kuppe durch Anprallen des Quecksilbers zu vermeiden, kann der obere Teil der Röhre stark verengt ausgeführt werden. Das hinaufspringende Quecksilber wird dadurch gezwungen, sich durch diese enge Stelle zu zwängen, und der Stoß verliert dabei sehr an Kraft.

An einem verschiebbaren Maßstab wird die Differenz des Quecksilberstandes in beiden Schenkeln gemessen.

Wichtig ist die Verwendung von gutem Quecksilber. Getrocknet wird Quecksilber in einer Eisenschale durch Erhitzen auf 150° unter Rühren. Mechanische Verunreinigungen werden durch Filtration entfernt.

Zu diesem Zwecke gießt man es durch einen dreibis vierfachen Fließpapiertrichter, in dessen Spitze einige Löcher mit einer Stecknadel gebohrt sind. Die chemische Reinigung erfolgt mit Salpetersäure oder besser mit Mercuronitrat. Das Quecksilber tritt aus einem zu einer Spitze ausgezogenen Trichter (oder aus einem Filter, welches ein stecknadelgroßes Loch besitzt) in eine Röhre (Abb. 258), die eine mit Salpetersäure angesäuerte Mercuronitratlösung (60 bis 100 cm hoch) enthält. Das Quecksilber sammelt sich im unteren Teil der Röhre und fließt trocken und von Fremdmetallen befreit aus dem Röhren ab. Noch gründlicher erfolgt die Reinigung durch Destillation im Vakuum.

Beim Arbeiten mit Quecksilber stets vorsichtig sein; schon kleine verspritzte Teilchen, z. B. in Fußbodenfugen, können langsam zu Vergiftungserscheinungen führen.

Quecksilber darf wegen seines hohen Gewichtes nur in Standflaschen, nicht aber in Kolben usw., aufbewahrt werden (Bruchgefahr). Verschüttetes Quecksilber ist sofort zu sammeln (aus Ritzen und Ecken mit Hilfe einer an die Vakuumsleitung angeschlossenen Saugflasche).

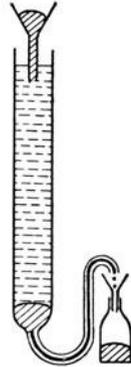


Abb. 258.
Reinigung
von Queck-
silber.

b) Metallmanometer (Abb. 259). Diese sind ähnlich den Metallbarometern konstruiert. Die Messung des Druckes beruht auf der Krümmung einer Spiralaröhre (Röhrenfedermanometer) oder auf der elastischen Durchbiegung einer Membran (Plattenfedermanometer), welche durch ein Hebelwerk auf einen Zeiger, der auf einer Skala spielt, übertragen wird. Solche Manometer dienen hauptsächlich zur Messung des Druckes in Autoklaven und Druckgefäßen.

Vor der Belastung durch den Druck steht das Instrument auf der Nullmarke, es zeigt daher nur den sog. Überdruck (atü) an, um welchen der zu messende Gasdruck größer ist als der jeweilige Luftdruck. Der Höchstdruck, bis zu dem der betreffende Apparat, an den das Manometer angeschlossen ist, belastet werden darf, ist auf dem Instrument durch einen roten Strich gekennzeichnet.



Abb. 259. Röhren-
federmanometer.

Benutzte Literatur:

- STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
 LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.
 GRIMSEHL-TOMASCHEK: Lehrbuch der Physik. 1940.
 KÖRNER: Lehrbuch der Physik. 1921.
 V. ANGERER: Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen, 3. Aufl. 1936.
 OSTWALD-LUTHER: Hand- und Hilfsbuch zur Ausführung physikochemischer Messungen, 5. Aufl. 1931.

26. Durchführung von Reaktionen unter erhöhtem Druck.

Bei der Durchführung von Reaktionen unter erhöhtem Druck sind die Augen stets durch Tragen einer *Schutzbrille* zu schützen!

1. Einschmelz- oder Schießröhren (Bombenröhren). Bombenröhren sind einseitig geschlossene, starkwandige Röhren aus widerstandsfähigem Glas. Sie sind verwendbar für Drucke von 10 bis 20 Atm.

a) Füllung der Bombenröhren. In die an der späteren Zuschmelzstelle bereits verengte Röhre wird ein Trichter mit sehr langem Rohr eingesetzt, um bei der Einfüllung die Innenwand in der Nähe der Zuschmelzstelle reinzuhalten.

Falls während der Reaktion Gase entwickelt werden, darf nur wenig Substanz eingefüllt werden. Feste Stoffe werden in einem kleinen Reagenzgläschen oder einem aus einem Glasrohr selbst hergestellten Glasnäpfchen eingewogen und dieses zusammen mit der Einwaage in das Bombenrohr gleiten gelassen.

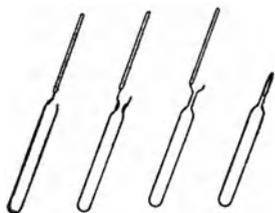


Abb. 260. Zuschmelzen von Bombenröhren.

b) Zuschmelzen der Bombenröhren (Abb. 260). Man setzt an das unter Drehen weichgemachte Ende des Bombenrohres einen am Ende ebenfalls erweichten Glasstab, den man bei der weiteren Arbeit als Handhabe benutzt. Die Zuschmelzstelle wird am Gebläse erhitzt, bis sich das Glas verdickt, worauf man eine

etwa 6 cm lange Kapillare auszieht und letztere in einer kleinen Flamme abschließt. Die heiße Stelle läßt man unter ständigem Drehen in einer rußenden Flamme erkalten.

c) Einsetzen der Bombenröhren. Die mit Papier umwickelte Einschmelzröhre wird so in den Schießofen (diesen siehe im Ab-

schnitt „Erhitzen“, S. 139) eingelegt, daß einige Zentimeter der Zerschmelzkapillare aus dem Eisenmantel herausragen.

d) Öffnen der Bombenröhren. Dieses darf erst nach dem vollständigen Erkalten erfolgen. Das Rohr befindet sich noch im Schießofen, die herausragende Kapillare wird mittels eines darunter gestellten scharfen Brenners erhitzt, wobei die unter Druck befindlichen Gase die Kapillare öffnen. Erst dann wird der oberste Teil des Rohres abgesprengt.

2. Druckflaschen (Abbildung 261). Für Versuche in größerem Maßstab, aber für einen Druck von nur wenigen Atmosphären, verwendet man starkwandige Flaschen, die man durch Stopfen und Festbinden derselben mit Draht fest verschließt. Zweckmäßiger sind sog. Druckflaschen, die durch einen Patentbügelverschluß verschlossen werden. Im einfachsten Fall benutzt man eine Sodawasserflasche, die in ein Tuch eingewickelt und zum Erhitzen in ein geeignetes Wasserbad eingehängt wird.



Abb. 261. Druckflasche.

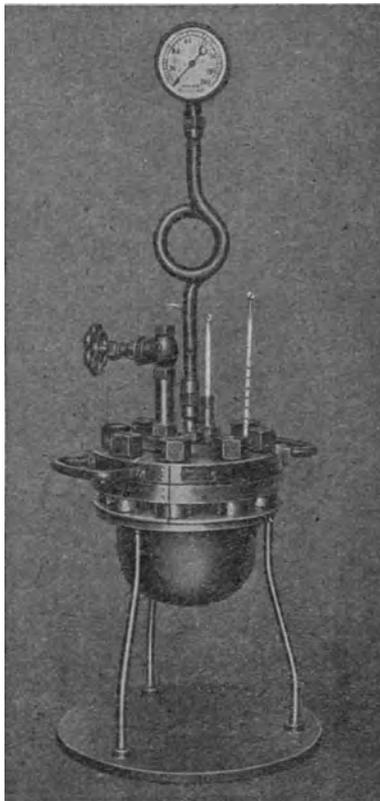


Abb. 262. Autoklav.

Besondere Druckflaschen werden durch eine aufgeschliffene Glasplatte verschlossen, die durch eine Schraube aufgepreßt wird. Wichtig ist die allmähliche Temperatursteigerung des Heizbades.

3. Autoklaven (Abb. 262). Autoklaven werden überall dort verwendet, wo die Temperatur über den Siedepunkt eines Stoffes

gesteigert werden muß oder wo sich beim Erhitzen Gase entwickeln, welche für die Reaktion wesentlich sind.

Die Drucke können im allgemeinen bis 60 Atm., die Temperaturen bis gegen 300° steigen.

Autoklaven sind starkwandige, zylindrische Hohlkörper, deren Deckel durch Bügel oder durch Schrauben und Schraubenmuttern verschlossen werden. Das Anziehen der Schraubenmuttern hat stets übers Kreuz und allmählich zu erfolgen, um eine gleichmäßige Abdichtung zu erzielen. Die Dichtung besteht aus einem Ring aus dem Dichtungsmaterial (z. B. Blei, Kupfer, Asbest usw.), der in die Nuten eingepreßt wird.

Als Material für Autoklaven kommen fast immer Gußeisen oder Stahlguß in Betracht. Für besondere Zwecke wird der Autoklav innen emailliert oder mit Einsätzen aus anderen Metallen ausgestattet. Der Boden des Autoklaven ist der größeren Festigkeit wegen meist halbkugelförmig ausgeführt.

Am Deckel sind verschiedene Stützen zum Festschrauben der Armaturen und zur Aufnahme der Stopfbüchse bei Rührautoklaven vorgesehen.

Die Stopfbüchse, durch welche die Rührerwelle hindurchgeht, soll möglichst einfach konstruiert sein und gegebenenfalls durch Wasser gekühlt werden können. An Armaturen sind vorhanden: Manometer, Thermometer, Abblasventile und ein Sicherheitsventil. Falls das letztere weggelassen wird, muß die Anzahl der Manometer und Thermometer auf je zwei erhöht werden, um eine genügende Druckkontrolle sicherzustellen. Die Thermometerhülsen werden zur besseren Temperaturübertragung mit Öl gefüllt.

Bei den Laboratoriumsautoklaven, welche je nach dem Verwendungszweck mit oder ohne Rührwerk gebaut sind, wird fast stets auf die Kühlung der Stopfbüchse verzichtet.

Das Heizen soll nach Möglichkeit durch ein Heizbad vorgenommen werden. Falls ein Brenner als Heizquelle dient, hat dieser unten in der Mitte zu stehen. Das Heizen soll nicht etwa durch verschiedene Brenner auf verschiedenen Seiten geschehen. Wenn der Autoklav unter Druck steht, dürfen die Deckelschrauben nicht angezogen werden.

Das Öffnen eines Autoklaven hat stets erst nach dem völligen Erkalten desselben zu erfolgen, nachdem der im Autoklaven herrschende Druck durch ein Ventil „abgeblasen“ wurde. Das Abblasventil besitzt nur einen feinen Kanal, der durch eine an der Ventilspindel befindliche „Nadel“ geschlossen bzw. geöffnet werden kann.

Benutzte Literatur:

- STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.
LASSAR-COHN: Arbeitsmethoden für organisch-chemische Laboratorien. 1923.
BERNHAEUER: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik, 2. Aufl. 1942.
FIERZ-DAVID: Grundlegende Operationen der Farbenchemie, 4. Aufl. 1938.

27. Probenahme.

Um einen Stoff richtig analysieren zu können, muß von ihm eine gute Durchschnittsprobe vorliegen. Das heißt, das kleine Muster, welches ins Laboratorium zur Untersuchung kommt, muß ebenso zusammengesetzt sein und die gleichen Eigenschaften haben wie der betreffende Stoff im großen. Im anderen Falle wäre eine auch noch so sorgfältig ausgeführte Analyse wertlos.

Da es oft recht schwierig ist, eine gute Durchschnittsprobe zu nehmen, müssen alle Vorsichtsmaßnahmen und angegebenen Vorschriften genauestens beachtet werden.

Am schwierigsten gestaltet sich die Probenahme bei grobstückigem Material, besonders schwierig auch dann, wenn der Stoff während der Probenahme durch die Berührung mit der Luft (z. B. hygroskopische Substanzen) Veränderungen erleiden kann.

Die Genauigkeit der Probenahme hängt in hohem Maße von der Aufmerksamkeit und Geschicklichkeit der arbeitenden Personen ab.

1. Feste Stoffe. a) Grobstückiges Material (z. B. Kiese, Erze). Bei grobstückigem Material wird die Probe in der Regel bei der Ankunft im Hafen (bei Schiffstransporten) genommen, meist in Verbindung mit dem Abladen, in der Fabrik während des Abladens.

Die Probe muß um so größer sein, je grobstückiger und ungleichmäßiger das Material ist; auch muß das Verhältnis von groben Stücken und Pulver richtig sein, d. h. der Wirklichkeit entsprechen.

Aus jeder Fördereinheit werden mit einer Schaufel 5 kg, oder von Zeit zu Zeit eine ganze Fördereinheit (z. B. Schubkarren) auf einen Haufen geschüttet. Die Menge der ersten Probe soll nicht unter 300 kg betragen.

Nun wird auf Walnußgröße (in Kollergängen oder Steinbrechern) zerkleinert, zu einem Haufen durchgeschaufelt und

schließlich auf eine große Fläche, etwa ein Quadrat ausgebreitet. Das Quadrat wird durch die Diagonalen in vier Teile geteilt und davon zwei gegenüberliegende Teile entfernt, während der Rest als neue kleinere Probe weiter zerkleinert, umgeschaufelt und wiederum ausgebreitet wird. Auf diese Weise gelangt man schließlich zu einer Probe von zirka 10 kg, die auf einer Guß-



Abb. 263.
Probestercher.

eisenplatte oder im Stahlmörser bis auf 3 mm Korngröße weiter zerkleinert und durch ein Sieb von 3 mm Maschenweite gesiebt wird. Zurückbleibende Stücke werden so weit zerkleinert, bis die gesamte 10-kg-Probe durch das Sieb gegangen ist. Das so vorbereitete Material wird, wie oben beschrieben, auf 1 bis 2 kg reduziert, gut durchgemischt und in einige knapp nebeneinanderstehende Pulvergläser mit der Hand oder einer kleinen Schaufel so eingebracht, daß beim Darüberstreichen in jedes der Gläser ungefähr gleich viel hineinfällt. Um die Verdunstung oder Anziehung größerer Mengen Feuchtigkeit zu verhüten, müssen alle Operationen (Zerkleinern, Mischen, Füllen der Gläser) möglichst rasch vorgenommen werden. Die gefüllten Flaschen werden verschlossen und versiegelt und kommen ins Untersuchungslaboratorium.

Dort wird von diesen Proben eine Feuchtigkeitsbestimmung ausgeführt und der Rest im Achat- oder Stahlmörser oder einer Reibschale noch weiter zerkleinert und analysiert.

b) Pulver (z. B. Kochsalz, Kalisalz u. a.). Aus jeder Fördereinheit wird mit einem Schöpflöffel zirka $\frac{1}{2}$ kg entnommen. Aus einem Waggon am besten von verschiedenen Stellen. Im übrigen wird so verfahren wie früher.

Aus Säcken und Fässern wird die Probe mit Hilfe eines Probesterchers (Abb. 263) genommen. Dieser besteht aus einem unten zugespitzten Eisenrohr, welches oben mit einem Handgriff und seitlich mit einem Schlitz versehen ist. Manche Konstruktionen sind unten verschließbar. Mit dem Probestercher wird langsam in die Substanz hineingestochen, der Probestercher gedreht und dann vorsichtig herausgezogen. Auf diese Weise hat man eine ganze Säule des Stoffes von oben nach unten herausgeschnitten.

2. Flüssigkeiten. Man nimmt die Probe mit einem Schöpfer in verschiedenen Zeiträumen oder ununterbrochen durch einen angebrachten Hahn und einem dünnen Rohr. Die erste Probe beträgt 10 bis 15 l, von der nach guter Durchmischung (Schütteln)

in Flaschen von 100 bis 200 ccm Inhalt abgefüllt wird, die sofort verschlossen und versiegelt werden.

In großen Behältern scheidet sich bei längerem Stehen hie und da Schlamm am Boden oder schwebende Teilchen an der Oberfläche ab. In diesem Falle wird so verfahren, daß mit einem Eisen- oder Zinnrohr von $2\frac{1}{2}$ cm Durchmesser, welches so lang ist, daß es vom Mannloch bis zum Boden reicht und eine Erweiterung am unteren Ende besitzt, vorsichtig in die Flüssigkeit eingegangen wird (Abb. 264). Durch einen Draht, der durch das Rohr geführt ist, wird ein am unteren Ende befestigter Stöpsel in die Rohröffnung gezogen und diese damit verschlossen.

Ein anders ausgeführter Probestecher für Flüssigkeiten besteht aus einem Doppelhohlzylinder mit seitlichen Öffnungen, wobei gleichzeitig der innere gegen den äußeren drehbar eingerichtet ist. Wenn sich die Öffnungen decken, füllt sich der Zylinder mit Flüssigkeit und wird durch Drehen des inneren Zylinders geschlossen und kann in diesem Zustand gefüllt aus der Flüssigkeit herausgezogen werden. Der Probestecher wird geschlossen in die Flüssigkeit eingeführt und erst in dieser geöffnet.

Die einfachste Art der Probenahme einer Flüssigkeit ist die mittels eines von oben eingeführten Glasrohres, das nach der Füllung mit dem Daumen verschlossen wird.

Bei einigen Fabrikationen ist es nötig, während des Betriebes laufend Proben zu nehmen, was durch an den Apparaten eingebaute Hähne geschieht.

3. Gase. Die Wegnahme von Gasproben erfolgt durch Ansaugen des Gases unter Anwendung eines Aspirators. Wichtig ist, daß zuvor die Luft vollkommen aus den Leitungsrohren entfernt worden ist.

a) Saugrohre. Im Kanal oder Schornstein wird an einer engen Stelle ein an beiden Seiten offenes Rohr (Saugrohr) bis zur Mitte des Kanals eingebracht und das äußere Ende durch einen Schlauch mit der Auffangvorrichtung verbunden.

b) Saugvorrichtungen. Als solche kommen in Betracht Saug- und Druckpumpen aus Gummi (Gummiball mit Ventilen) und Wasserstrahlpumpen, für größere Gasmengen Saugflaschen (Abb. 265).

Eine tubulierte Flasche A, die oben durch einen Gummi-

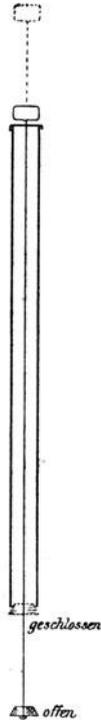


Abb. 264.
Probenahme
von
Flüssigkeiten.

stopfen mit einem Dreiweghahn *B* in Verbindung steht, dient als Aspirator. Bei der Stellung I des Dreiweghahnes (Verbindung *a—c*) wird die Flasche vollkommen mit Wasser gefüllt. Nun wird der Schenkel *b* an die Gasentnahmestelle angeschlossen, *b* mit *c* verbunden (Stellung II des Dreiweghahnes) und an *c* ein zweiter Aspirator oder eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen. Bei dieser

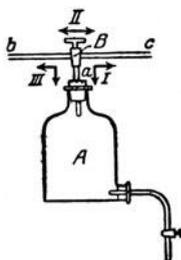


Abb. 265. Probenahme von Gasen.

Hahnstellung wird das Gas eine Zeitlang durchgesaugt, bis die in Frage kommenden Rohre mit dem Gas angefüllt sind. Dann erst bringt man den Dreiweghahn in die Stellung III und beginnt mit der Gasentnahme durch Öffnen des Ablaufhahnes. Das langsam aus dem Aspirator austretende Wasser macht dem einströmenden Gas Platz.

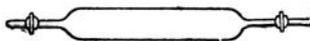


Abb. 266. Gastransportgefäß.

c) Sammel-, Aufbewahrungs- und Transportgefäße. Wenn es möglich ist, soll das Gas an der Stelle der Probenahme analysiert werden.

Sammelgefäße aus Glas sind nur dann dauernd dicht, wenn die Enden kapillar verjüngt sind und nach der Einfüllung zugeschmolzen werden.

Will man später daraus in eine Gasbürette füllen, schiebt man über beide Röhrenenden enge Schläuche, füllt diese mit Wasser und schließt sie durch eingeschobene Glasstäbchen oder aufgesetzte Quetschhähne, worauf man die zugeschmolzenen Rohrspitzen innerhalb des Schlauches durch äußeren Druck abbrechen kann.

Zumeist genügt es aber, die Sammelröhren nur mit Gummi, Quetschhähnen oder Glasstäbchen zu verschließen.

Das Umfüllen in die Gasbürette wird unterhalb einer Wasseroberfläche vorgenommen.

Eine rasche Handhabung gestatten Gefäße mit eingeschlifften Glashähnen (Abb. 266).

Benutzte Literatur:

- BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.
Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

28. Spezifisches Gewicht.

1. Allgemeines. Das *spezifische Gewicht* (oder die *Wichte*) ist das Gewicht der Volumseinheit (Gramm pro Kubikzentimeter). Als Einheit gilt das spezifische Gewicht von Wasser bei $+4^{\circ}\text{C}$.

Das spezifische Gewicht eines festen oder flüssigen Körpers gibt also an, wievielmals dieser schwerer ist als das gleiche Volumen Wasser bei 4°C .

Unter *Dichte* versteht man die unbenannte Zahl des spezifischen Gewichtes.

Wenn s den Zahlenwert des spezifischen Gewichtes angibt, V das Volumen (in Kubikzentimeter bzw. Kubikdezimeter) und G das Gewicht (in Gramm bzw. Kilogramm) bedeutet, so berechnet sich

$$G = V \cdot s; \quad \text{daraus} \quad s = \frac{G}{V} \text{ g/ccm} \quad \text{bzw.} \quad \text{kg/cdm.}$$

Auftrieb. Taucht man einen starren Körper unter die Oberfläche einer Flüssigkeit, in welcher er unlöslich ist, so erfährt er in derselben allseitigen Druck, wobei sich die Seitendrücke aufheben, während Bodendruck und Aufdruck wirken, da sie verschieden groß sind, und zwar ergeben sie eine Wirkung nach oben (Abb. 267). Dieser nach oben gerichtete Druck errechnet sich aus

$$A - B = F \cdot (H - h) \cdot s.$$

Da $H - h$ die Höhe des eingetauchten Körpers ausmacht, F sein Querschnitt (seine Grundfläche) ist, so ist $F \cdot (H - h)$ das Volumen des Körpers, was gleichzusetzen ist dem Volumen der durch ihn verdrängten Flüssigkeit. Multipliziert man dieses mit dem spezifischen Gewicht s der Flüssigkeit, so erhält man das Gewicht der verdrängten Flüssigkeitsmenge. Um dieses Gewicht erscheint der eingetauchte Körper leichter.

Jeder in eine Flüssigkeit untergetauchte Körper erscheint in derselben infolge des Auftriebes um soviel leichter, als die von ihm verdrängte Flüssigkeitsmenge wiegt (Archimedisches Prinzip).

Derartige Wägungen werden mit der hydrostatischen Waage ausgeführt. Bei dieser sind zwar beide Waagschalen gleich schwer, die eine hängt aber kürzer herab und ist außerdem durchbrochen, so daß darunter ein Gefäß mit Flüssigkeit Platz hat, in die ein an die Waagschale angehängter Körper während der Wägung eintauchen kann.

2. Bestimmung des spezifischen Gewichtes. A. Feste Stoffe.

a) Durch einfache Wägung und Volumsbestimmung. Die Berechnung erfolgt nach der Formel:

$$s = \frac{G}{V}.$$

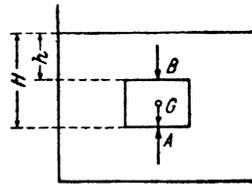


Abb. 267. Auftrieb.

Die Ermittlung des Volumens kann vorgenommen werden:

α) durch Ausmessen und Berechnen, wenn der Körper eine regelmäßige geometrische Form besitzt;

β) durch Eintauchen des Körpers in einen mit Flüssigkeit, in der er unlöslich ist, gefüllten Maßzylinder und Messung der Volumszunahme, die dem Volumen des eingetauchten Körpers gleich ist. Bei Körpern, die im Wasser schwimmen, kann das Eintauchen mit Hilfe eines angebondenen schweren Körpers (z. B. eines Bleistückes) erreicht werden. Bei der Berechnung ist das Volumen des angehängten Körpers abzuziehen.

b) Mit der hydrostatischen Waage. Man bestimmt an derselben das Gewicht G des Körpers und seinen Gewichtsverlust unter Wasser W . Wenn d die Dichte des Wassers bei der Versuchstemperatur ist (aus Tabellen zu entnehmen), berechnet sich

$$s = \frac{G}{W} \cdot d.$$

Bei der Wägung unter Wasser ist darauf zu achten, daß dem Körper keine Luftblasen anhaften. Selbstverständlich ist, daß der Körper im Wasser vollkommen unlöslich sein muß.



Abb. 268.
Pykno-
meter.

c) Mit dem Pyknometer (Abb. 268). Ein Pyknometer ist ein kleines Glasfläschchen, durch dessen eingeschlossenen Stopfen eine feine Kapillare führt.

Man wägt:

a) das leere Pyknometer A

b) das mit Wasser gefüllte Pyknometer B

Dabei ist darauf zu achten, daß im Pyknometer keine Luftblasen vorhanden sind. Außen muß es gut abgetrocknet und eventuell aus der Kapillare austretende Flüssigkeit mit Filtrierpapier weggenommen werden.

c) das leere Pyknometer \perp dem festen Körper C

d) das mit Wasser und dem festen Körper gefüllte Pyknometer E

$$\varepsilon = \frac{C - A}{(B - A) - (E - C)}.$$

Bei allen durchgeführten Wägungen ist gleichzeitig die Temperatur zu messen, da das spez. Gewicht temperaturabhängig ist. Korrekturen wegen der Temperatur werden nach folgender Formel berechnet:

$$p' = p \cdot \frac{d'}{d}.$$

Darin bedeuten:

- p das Gewicht des Wassers bei der Versuchstemperatur t° ,
- p' das Gewicht des Wassers bei der Temperatur t' , auf die bezogen werden soll,
- d die Dichte des Wassers bei t° und
- d' die Dichte des Wassers bei t' , die beide aus Tabellen zu entnehmen sind.

Tabelle. Dichte des destillierten Wassers und seine Abhängigkeit von der Temperatur.

(Wägt man Wasser mit Messinggewichten in Luft ohne Vakuumkorrektur, erhält man Werte für d , die um 0,00106 kleiner sind als die in der Tabelle angegebenen.)

Temperatur	Dichte	Temperatur	Dichte	Temperatur	Dichte
0	0,99987	11	0,99963	22	0,99780
1	0,99993	12	0,99952	23	0,99756
2	0,99997	13	0,99940	24	0,99732
3	0,99999	14	0,99927	25	0,99707
4	1,00000	15	0,99913	26	0,99681
5	0,99999	16	0,99897	27	0,99654
6	0,99997	17	0,99880	28	0,99626
7	0,99993	18	0,99862	29	0,99597
8	0,99988	19	0,99843	30	0,99567
9	0,99981	20	0,99823	40	0,99224
10	0,99973	21	0,99802	50	0,98807

B. Flüssigkeiten.

a) Mit der MOHR-WESTPHALSchen Dichtenwaage (Abb. 269). Man bestimmt dabei den Auftrieb eines Probekörpers in der betreffenden Flüssigkeit. Meistens verwendet man einen beschwerten Glaskörper, der an einem dünnen Platindraht hängt. Dieser Schwimmkörper ist zweckmäßig als Thermometer ausgeführt.

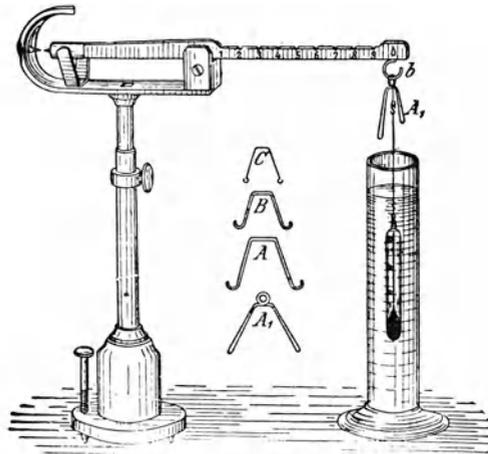


Abb. 269. MOHR-WESTPHALSche Dichtenwaage.

Durch ein Gegengewicht auf der entgegengesetzten Seite des Waagebalkens wird der Tauchkörper in der Luft im Gleichgewicht gehalten. Beim Eintauchen des Tauchkörpers in destilliertes Wasser von 15° wird der Gewichts-

verlust durch das Reitergewicht $A_1 (= A)$ durch Einhängen in den äußeren Haken ausgeglichen. Die Reitergewichte B und C sind gleich $0,1 A$ bzw. $0,01 A$.

Taucht man den Tauchkörper in eine Flüssigkeit von 15° , schwerer als Wasser, so genügt A nicht zur Herstellung des Gleichgewichtes, man muß weitere Gewichte zusätzlich auf verschiedene Stellen des Waagebalkens verteilen.

Beispiel: Reiter $A = 1$ auf Teilstrich 5 Wert: 0,5
 „ $B = 0,1$ „ „ 6 „ : 0,06
 „ $C = 0,01$ „ „ 3,7 „ : 0,0037

Das spez. Gewicht s wäre dann $\frac{1,5637}{1} = 1,5637$ bei 15° .

Bei Flüssigkeiten, die leichter sind als Wasser, wird das Reitergewicht A_1 am äußeren Haken des Waagebalkens fortgelassen.

b) Mit dem Pyknometer. Man bestimmt folgende Gewichte:

- a) Pyknometer, gefüllt mit der Flüssigkeit A
 b) „ „ „ Wasser B
 c) leeres Pyknometer C

Dann ist

$$s = \frac{A - C}{B - C}.$$

c) Mit dem Aräometer durch Spindeln. Die Aräometer (Abb. 270) beruhen ganz allgemein auf dem Prinzip, daß ein schwimmender Körper so tief in eine Flüssigkeit einsinkt, daß die von ihm verdrängte Flüssigkeit ebensoviel wiegt wie er selbst.

Volumaräometer sind nach dem spezifischen Gewicht geteilt, das an der Spindel sofort abgelesen werden kann. Sie bestehen aus einer dünnen, zylindrischen und unten erweiterten und beschwerten Spindel. Die Teilung, die sich im zylindrischen Stengel befindet, wird nach unten immer enger.

Das Aräometer taucht in Flüssigkeiten von verschiedenem spezifischem Gewicht verschieden tief ein.

Außer der Teilung nach dem spezifischen Gewicht gibt es leider noch eine ganze Anzahl anderer Aräometerteilungen. Die meistverwendete davon ist die nach Grad Baumé ($^\circ$ Bé), hauptsächlich wohl deshalb, weil sie eine gleichmäßige Skala besitzt. Für Flüssigkeiten schwerer als Wasser entspricht 0° Bé-Skala dem Punkt, bis zu dem die Spindel in reinem Wasser und 10° dem Punkt, bis zu dem sie in einer 10%igen Kochsalzlösung einsinkt. Diese Teilung ist dann weitergeführt. Für Flüssigkeiten leichter

als Wasser sind der Nullpunkt und der Zehnerpunkt vertauscht, sonst wird ebenso weitergeteilt. Je nach der Arbeitstemperatur erhält man ganz verschiedene Teilungen, da Wasser einen viel kleineren Ausdehnungskoeffizienten hat als jene Kochsalzlösung.

Die Umrechnung der Bé-Grade in das spezifische Gewicht kann nach folgenden Formeln vorgenommen werden:

Für Flüssigkeiten leichter als Wasser:

$$s = \frac{144,3}{144,3 + n}$$

Für Flüssigkeiten schwerer als Wasser:

$$s = \frac{144,3}{144,3 - n}$$

n sind die abgelesenen Grade, und zwar gültig bei 15° C.

Andere Aräometer mit willkürlicher Teilung sind die nach BRIX, BALLING, TWADDLE usw.

Jedes Aräometer muß bei seiner Verwendung trocken und rein sein; das Einsenken in den Standzylinder, in dem sich die zu messende Flüssigkeit befindet, muß langsam vorgenommen werden, damit es nicht über den Einsenkungspunkt

Abb. 270.
Aräometer.

hinaus benetzt wird. Das Aräometer ist um so empfindlicher, je dünner der Hals im Verhältnis zu den Dimensionen des ganzen Instruments ist, weshalb man, um den Hals nicht zu lang zu machen, für verschieden schwere Flüssigkeiten verschiedene Aräometer, mit kleineren Intervallen, z. B. von 0,750 bis 0,840 oder von 1,000 bis 1,300, herstellt.

Das Aräometer darf nicht an die Glaswand anstoßen, sondern muß frei schwimmen.

Die Ablesung (Abb. 271) soll in der Regel an der Schnittfläche des Flüssigkeitsspiegels mit dem Aräometer stattfinden, ohne Berücksichtigung des dort entstehenden Meniskus. Die Ablesung erfolgt also bei A_1A_2 und nicht etwa bei B_1B_2 !

Gute Aräometer sollen mit einem Celsiusgradthermometer versehen sein, dessen Skala den Eispuñkt enthalten muß.

Für spezielle Zwecke werden ganz spezielle Aräometer verwendet. Prozentaräometer dienen zur unmittelbaren Bestimmung des Wertgehaltes von Weingeist, Zuckerlösungen, Säuren, Laugen, Milch, Ölen usw.

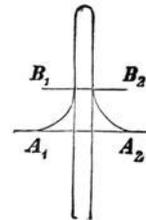


Abb. 271.
Aräometer-
ablesung.

Das Alkoholometer gibt an, wieviel Volumprozent absoluter Alkohol in einer Mischung von Weingeist und Wasser enthalten sind.

Mit dem Saccharometer werden Gewichtsprocente Zucker in einer wäßrigen Zuckerlösung ermittelt.

C. Gase. Gasförmige Körper bezieht man häufig, um nicht zu kleine Zahlen für das spezifische Gewicht zu erhalten, statt auf Wasser von $+4^\circ$ auf Luft von der gleichen Temperatur und dem gleichen Druck als Einheit.

Die Verhältniszahl $\frac{\text{Gewicht des Dampfes}}{\text{Gewicht der Luft}}$ nennt man die Dampfdichte.

Nach dem Gesetz von AVOGADRO, nach dem gleiche Raumeile aller Gase unter gleichen Bedingungen die gleiche Anzahl von Molekülen enthalten, kann man auch sagen, daß sich die spezifischen Gewichte der Gase verhalten wie die Molekulargewichte.

Bei 0° und 760 mm Quecksilberdruck nimmt ein Grammmolekül jedes Gases ein Volumen von 22,4 l ein. Als Grammmolekül bezeichnet man jene Zahl, die das Molekulargewicht in Gramm ausgedrückt angibt.

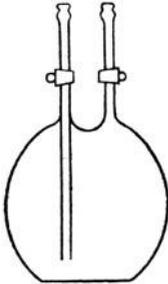


Abb. 272. Kölbchen zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes von Gasen.

Die *Bestimmung* des spezifischen Gewichtes von Gasen wird in einem Kölbchen (Abb. 272) vorgenommen.

Wägungen:

Kölbchen luftleer p
 Gefüllt mit dem trockenen Gas P

Das Volumen des Kölbchens wird durch Auswägen mit Wasser bestimmt; also

Kölbchen + Wasser W

Volumen $V = \frac{W - p}{q}$; worin q das spezifische

Gewicht des Wassers bei der Versuchstemperatur ist.

Das spezifische Gewicht des Gases errechnet sich dann

$$s = \frac{(P - p)}{V}$$

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.

Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

KÖRNER: Lehrbuch der Physik. 1921

29. Viskosität.

Die Viskosität oder Zähigkeit von Flüssigkeiten tut sich in dem Reibungswiderstand kund, der entsteht, wenn man einen festen Körper in einer Flüssigkeit bewegt. Anstatt einen starren Körper in einer Flüssigkeit zu bewegen, kann man umgekehrt eine Flüssigkeit an einem festen Körper entlangströmen lassen. Darnach unterscheidet man zwei Gruppen von Apparaten zur Bestimmung der Zähflüssigkeit.

In der Technik spielt die Bestimmung der Viskosität bei der Untersuchung von Schmierölen eine besondere Rolle. Bei der Erwärmung von Schmierölen auf höhere Temperatur werden diese dünnflüssiger; die Viskosität ist also von der Temperatur abhängig.

Das absolute Maß für die Zähigkeit $[\eta]$ ist 1 poise. Das ist jene Kraft, welche eine Flüssigkeitsschicht von 1 qcm Oberfläche über eine gleichgroße, 1 cm entfernte Schicht mit der Geschwindigkeit von 1 cm/sek verschieben kann. Wasser hat bei 20,2° die absolute Zähigkeit 0,01000 poisen = 1 centipoise. Der Quotient $\frac{[\eta]}{\text{Dichte}}$ ist die kinematische Zähigkeit (Einheit 1 stokes).

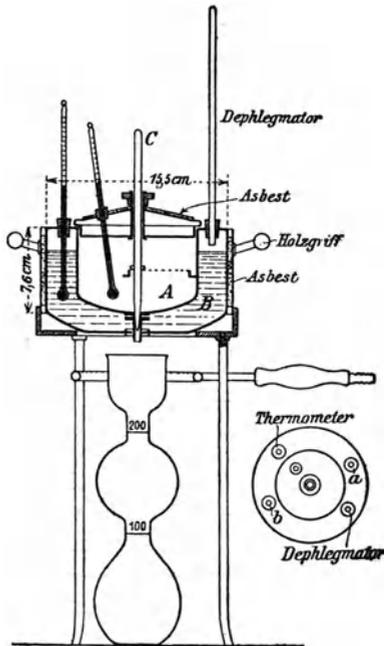


Abb. 273. Viskosimeter nach ENGLER.

1. Viskosimeter nach ENGLER (Abb. 273). Die Abmessungen des Apparats sind genau festgelegt. Er besteht aus einem Behälter A, der zur Aufnahme der Untersuchungsflüssigkeit bestimmt und mit einem Deckel bedeckt ist. Das Gefäß ist nach unten etwas ausgebaut. In der Mitte der Ausbauchung sitzt das 20 mm lange, oben 2,9 mm und unten 2,8 mm weite Ausflußröhren, dessen obere Öffnung mit einem Stift C verschlossen werden kann.

Die zu prüfende Flüssigkeit wird bis zu den am Rand angebrachten Spitzmarken eingefüllt und zugleich die waagrechte Aufstellung des Apparats kontrolliert. Das Gefäß ist von einem Heizbad B umgeben, welches mit einem Kranzbrenner geheizt wird. Ein Rührer dient zur Durchmischung der Heizflüssigkeit.

Ausführung der Bestimmung: Der Apparat muß vor der Einföüllung der Untersuchungsflüssigkeit gut gereinigt werden. Für Bestimmungen bei höherer Temperatur wird die Flüssigkeit erst eingeföüllt, wenn das Bad die Versuchstemperatur erreicht hat. Den Temperaturausgleich beschleunigt man durch Röhren mit dem Thermometer (durch Drehen des Deckels).

Nachdem die Temperatur konstant geworden ist, läßt man die Flüssigkeit durch Lüften des Verschlußstabes ausfließen und bestimmt die Ausflußzeit von 200 ccm, die in einem daruntergestellten Kolben mit Marke aufgefangen werden.

Zum Vergleich der Viskosität muß der Eichwert des Apparats ermittelt werden. Der Eichwert wird in der gleichen Art mit Wasser bestimmt (Ausflußzeit von Wasser).

Die gefundene Zähigkeit wird in ENGLER-Graden angegeben und wie folgt berechnet:

$$E = \frac{\text{Auslaufzeit des Öles bei } t^{\circ}}{\text{Auslaufzeit des Wassers bei } 20^{\circ}}$$

2. Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau nach UBBELOHDE (Abb. 274). Der Apparat besteht aus einer pipettenartigen Hohlkugel *A*, welche durch eine Kapillare mit einem Hohlgefäß *C*,

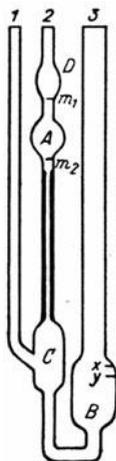


Abb. 274. Viskosimeter mit hängendem Kugelniveau.

dessen oberes Ende halbkugelförmig gestaltet ist, in Verbindung steht. Das Gefäß *C* steht durch ein gebogenes Rohr mit dem unteren Gefäß *B* und durch ein seitliches Rohr mit der Außenluft in Verbindung. Das Gefäß *B* endigt nach oben in ein weites offenes Rohr *3* zur Einführung des Thermometers und zum Einfüllen der Flüssigkeit.

Die Stärke der zu verwendenden Kapillare, die sich nach dem zu prüfenden Öl richtet, wird mit einer beigegebenen Hilfspipette ermittelt. Zu diesem Zweck saugt man das Öl in die Kugel der Hilfspipette und läßt austropfen. Fallen die Tropfen in Zeitabständen kürzer als 1 Sekunde, verwendet man zur Messung die engste Kapillare I, fallen die Tropfen in Zeitabständen zwischen 1 und 5 Sekunden die Kapillare II, bei noch längeren Fallzeiten die weite Kapillare III.

Während der Messung befindet sich die Anordnung in einem elektrisch geheizten Thermostaten; eine genaue Übereinstimmung der Temperaturen im Thermostaten und in der Meßanordnung ist unbedingt erforderlich, da eine Abweichung der Temperatur um nur 0,1° eine Änderung der Viskosität bereits um 0,6% bedingen kann.

Durchführung der Messung: Der Flüssigkeitsspiegel des eingefüllten Öles (zirka 12 ccm) liegt zwischen den Marken x und y des Gefäßes B . Nach der Einstellung auf gleiche Temperatur steckt man an das Rohr 2 einen Schlauch, schließt das Rohr 1 mit dem Finger und zieht die Flüssigkeit durch Ansaugen bis zum oberen Rand des Gefäßes D . Nun wird der Saugschlauch losgelassen und gleich darnach der Finger vom Rohr 1 genommen, wodurch die Flüssigkeit aus dem Hohlgefäß C plötzlich nach B zurückfällt und gleichzeitig die in A und D befindliche Flüssigkeit durch die Kapillare abzufließen beginnt, wobei sich aber das Gefäß C nicht wieder füllt, da die Flüssigkeit gleichmäßig an den Wänden herabfließt. Es bildet sich sofort im oberen Teil von C eine nach unten gerichtete, dünne Flüssigkeitsschicht („hängendes Kugelniveau“). Gemessen wird nun die Zeitdauer in Sekunden (mit einer Stoppuhr), in der das obere Flüssigkeitsniveau von der Marke m_1 bis zur Marke m_2 absinkt.

Wichtig ist die sorgfältige Reinigung des Instruments mit Benzol, Alkohol, verdünnter Natronlauge und Wasser, nachdem das Instrument in umgekehrter Lage durch Austropfen entleert wurde.

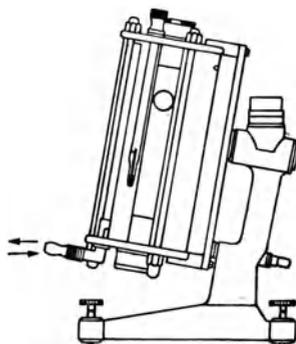


Abb. 275. Viskosimeter nach HÖPPLER.

3. Viskosimeter nach HÖPPLER (Abb. 275). Der Apparat hat einen großen Meßumfang bei großer Meßgenauigkeit. Diese beträgt 0,1 bis 1%. Benötigt werden zirka 30 ccm Flüssigkeit.

Das Instrument besteht aus einem Fallrohr aus Glas und verschiedenen Kugeln aus Glas bzw. Speziallegierungen. Gemessen wird die Fallzeit fallender Kugeln in der Flüssigkeit. Zwei eingezähte Ringmarken stellen die Fallstrecke dar. Das Fallrohr ist von einem Wasserbad umgeben (aus Glas ausgeführt). Durch Umstellen des Apparats kann die Kugel einfach wieder in die Ausgangsstellung gebracht werden.

Benutzte Literatur:

- HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.
 UBBELOHDE: Viskosimetrie. 1940.
 Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.
 Druckschriften der Firma Gebr. Haake, Medingen.

30. Eichen von Meßgefäßen.

1. Eichung von Maßkolben. Der sorgfältig gereinigte Kolben wird auf einer genauen Waage tariert. Zu der Tara legt man ein 1-kg-Stück, zu dem Kolben die aus einer Tafel für die beobachtete Temperatur des Wassers entnommene Zulage und stellt Gleichgewicht durch Eingießen von destilliertem Wasser her. Wasser und Glasgefäße müssen sich längere Zeit im selben Raum befunden haben.

Zulagetafel. Die Tafel gibt die Zulage in Milligramm für 1000 cem an unter Annahme eines kubischen Ausdehnungskoeffizienten des Glases von 0,000027 pro Grad Celsius, einer Normaltemperatur von 20°, die Temperatur des Wassers ist t° , einem Barometerstand von 760 mm, einer Lufttemperatur von 15° und einer normalen mittleren Luftfeuchtigkeit.

t	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
15	2065	2078	2090	2103	2116	2129	2142	2155	2168	2182
16	2195	2209	2223	2237	2251	2265	2279	2294	2308	2323
17	2337	2352	2367	2382	2397	2413	2428	2443	2459	2475
18	2490	2506	2522	2539	2555	2571	2588	2604	2621	2638
19	2654	2671	2688	2706	2723	2740	2758	2775	2793	2811
20	2829	2847	2865	2883	2901	2920	2938	2957	2976	2995
21	3014	3033	3052	3071	3091	3110	3130	3150	3170	3190
22	3210	3230	3250	3270	3291	3311	3332	3352	3373	3394
23	3415	3436	3457	3478	3500	3521	3543	3564	3586	3608
24	3630	3652	3674	3697	3719	3742	3764	3787	3810	3833
25	3856	3879	3902	3926	3949	3973	3996	4020	4044	4068

Will man nun die Abweichung der Temperatur und des Druckes der Luft berücksichtigen, so reicht es aus, für jeden Millimeter über bzw. unter 760 die Zahl um 1,4 mg zu vergrößern bzw. zu verkleinern und für jeden Grad über bzw. unter 15° Lufttemperatur um 4 mg zu verkleinern bzw. zu vergrößern.

Betrag z. B. die Temperatur des Wassers 17,35°, der Barometerstand 720 mm und die Lufttemperatur 23,7°, so berechnet sich die Zulage wie folgt:

Nach der Tafel beträgt die Zulage für 17,35° (zwischen 17,3 und 17,4) 2390 mg; diese Zahl ist nun zu vermindern um $40 \cdot 1,4 = 56$ mg (errechnet aus 760—720), ferner um $8,7 \cdot 4 = 35$ mg (errechnet aus 23,7 — 15), das gibt zusammen 91 mg. Die korrigierte Zulage beträgt also 2390 — 91 = 2299 mg.

Kleine, am Kolbenhals oberhalb des Wassermeniskus hängen-gebliebene Tropfen werden durch Abtupfen mit Filterpapier, das man um einen Glasstab gewickelt hat, entfernt. Die letzte, genaue Einstellung geschieht mit Hilfe eines Kapillarröhrchens.

Nun klebt man einen Papierstreifen so um den Hals des Kolbens, daß eine durch die entstandene Kreislinie gelegte Ebene den tiefsten Punkt des Wassermeniskus tangiert. Dieser Teil des Kolbenhalses wird mit einer Wachsschicht überzogen, am Rande des Papierringes mit einem Messer die Marke um den Kolbenhals gezogen und mit Flußsäure eingätzt.

2. Prüfung eines Maßkolbens auf Richtigkeit. Man tariert den Kolben aus, legt zur Tara ein 1-kg-Stück, füllt den Kolben bis zur Marke mit destilliertem Wasser und stellt Gleichgewicht durch Auflegen von Gewichten her.

Man habe z. B. in drei Versuchen durch Auswägen des Kolbens mit Wasser von 21,5° folgende Zulagen auf der Kolbenseite zur Herstellung des Gleichgewichtes benötigt: 2,975 g, 2,924 g und 3,104 g; Mittelwert daraus 3,001 g.

Wäre der Kolben ganz richtig, so hätte man laut Tabelle (für die Lufttemperatur 15° und 720 mm Barometerstand) 3,110 — 56 = 3,054 g finden müssen. Die Zulage ist daher um 3,054 — 3,001 = 0,053 g zu klein, der Kolben also um 0,053 ccm zu groß. Das wäre eine gute Übereinstimmung.

Der zulässige Fehler darf folgende Werte nicht überschreiten:

Kolben von	2000 ccm	1000 ccm	500 ccm	250 ccm	100 ccm
	0,5	0,25	0,14	0,08	0,08 ccm.

3. Eichung von Vollpipetten. Man klebt an das Saugrohr der tadellos gereinigten, fettfreien Pipette einen Streifen Papier, schließt das untere Ende mit dem Finger, füllt von oben mit einer Pipette von derselben Größe oder mittels einer Bürette mit destilliertem Wasser, das längere Zeit im Wägezimmer gestanden und konstante Temperatur angenommen hat, markiert den Stand des Wassers mit einem Bleistift an dem Papierstreifen und läßt das Wasser ausfließen.

Beispiel: 10-ccm-Pipette, Wassertemperatur 18°, Barometerstand 720 mm, Lufttemperatur 15°.

Nach der Zulage tafel findet man für die Temperatur von 18° für 1000 ccm die Korrektur 2490 mg — (40 · 1,4) = 2434 mg, d. h. 1000 g — 2,434 g = abgerundet 997,57 g Wasser in der Luft gewogen würden genau 1000 ccm einnehmen; folglich würden 9,9757 g Wasser von 18° in der Luft gewogen genau 10 ccm entsprechen.

Nun saugt man das Wasser bis oberhalb der Bleistiftmarke in die Pipette, verschließt mit dem Zeigefinger, wischt außen anhaftendes Wasser ab und stellt durch Ausfließenlassen (Pipettenspitze an die Becherglaswandung halten!) genau auf die Marke ein. Schließlich läßt man den Inhalt der Pipette in ein tariertes Becherglas, das mit einem Uhrglas bedeckt ist, oder in ein Wägegläschen längs der Wandung ausfließen und wägt das verschlossene Glas.

Man habe 9,9257 g gefunden, also um 0,0500 g zu wenig. Nun wird oberhalb der ersten Marke ein zweiter Strich gezogen und die Auswägung wiederholt. Sie habe 9,9852 g ergeben. Diese Marke befindet sich also etwas zu hoch. Unterhalb derselben wird ein dritter Strich angebracht, wieder ausgewogen und habe diesmal 9,9746 g ergeben. Diese Marke kann als richtig angesehen werden. Auch läßt sich der Betrag, um den die falsch angebrachte Marke verschoben werden muß, aus dem Durchmesser des Ansaugrohres angenähert berechnen.

Nun schneidet man den Papierstreifen genau an der richtigen Marke ab, klebt an dieser Stelle einen Papierstreifen mehrfach um den Pipettens tiel und ätzt die Marke ein.

Der zulässige Fehler darf folgende Werte nicht überschreiten:

Inhalt	100 ccm	50 ccm	25 ccm	20 ccm	10 ccm	2 ccm
	0,07	0,05	0,025	0,025	0,020	0,006 ccm.

4. Kalibrierung von Büretten. Aus der bis zum Nullpunkt gefüllten Bürette läßt man bei geöffnetem Hahn ein bestimmtes Volumen, z. B. 5 ccm in ein tariertes Glas ausfließen, wobei die Ablaufspitze die Wandung des Glases berühren und die Spitze abgestrichen werden muß.

Hierauf füllt man die Bürette von neuem bis zum Nullpunkt und läßt 10 ccm, dann 15 ccm ausfließen und bestimmt jedesmal das Gewicht. Das wird bis 50 ccm fortgesetzt.

Die bei der Wägung erhaltenen Abweichungen werden vorteilhaft in einer Kurve eingetragen, aus der dann die jeweilige Korrektur genommen werden kann.

Benutzte Literatur:

TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1939.

JANDER-JAHR: Maßanalyse. 1935.

31. Heizwert.

Unter Heizwert eines Brennstoffes versteht man die Anzahl der Kalorien, die 1 kg desselben bei vollkommener Verbrennung liefert. Dabei ist zu unterscheiden zwischen einem oberen und einem unteren Heizwert.

Der obere Heizwert stellt jene Wärmemenge dar, die bei der Verbrennung einer Kohle unter Kondensation des entstandenen Wasserdampfes, wie dies in der Kalorimeterbombe der Fall ist, erhalten wird.

In der Praxis entweicht jedoch der entstandene Wasserdampf durch die Esse. Diese Kondensationswärme (für 1 kg Dampf rund 600 kcal) muß vom oberen Heizwert abgezogen werden, um den unteren oder absoluten Heizwert zu erhalten.

Die Bestimmung des Heizwertes wird entweder in der Kalorimeterbombe oder durch Rechnung aus der Elementarzusammensetzung vorgenommen.

1. Verbrennung in der Kalorimeterbombe (Abb. 276). Die Bombe nach BERTHELOT-MAHLER besteht aus einem dickwandigen Stahlgefäß. Im Innern enthält sie einen feststehenden Träger aus Platin mit Platinschale (oder Quarztiegel) zur Aufnahme der Kohle. Ein zweiter Platinstab, gegen den Träger isoliert, reicht in die Nähe der Schale. Die beiden Stäbe dienen zur Befestigung eines dünnen Eisendrahtes zur Zündung durch den elektrischen Strom. Durch den Deckel der Bombe führt eine durchbohrte Schraube zum Ein- und Austreten der Gase.

Um die bei der Verbrennung in der Bombe entwickelte Wärmemenge genau zu messen, stellt man die Bombe in ein mit Wasser gefülltes Gefäß, das sog. Kalorimeter, und beobachtet die Temperatursteigerung des Wassers mit Hilfe eines Thermometers,

das in $\frac{1}{100}$ -Grade geteilt ist. Das Kalorimeter ist gegen Ausstrahlung nach außen durch Luft und Wasser geschützt. Nach oben schließen zwei Deckel ab. Ein Rührwerk aus drei mit Löchern versehenen ringförmigen Scheiben sorgt durch eine auf- und abwärtsgehende Bewegung für gutes Durchmischen des Wassers.

Ein Teil der Wärme wird von den Metallteilen des Kalorimeters aufgenommen, welcher Betrag vorher ermittelt werden muß (Wasserwert).

a) Eichung des Kalorimeters (Bestimmung des Wasserwertes). Man verbrennt in der Bombe eine Normalsubstanz, deren Verbrennungswärme genau bekannt ist. Als solche kommen in Betracht: Benzoesäure von Merck oder Schering-Kahlbaum (6324 cal/g, Einwaage zirka 0,75 g), Rohrzucker (Einwaage zirka 1,2 g), Naphthalin (Einwaage zirka 0,5 g).

Die absolut reine Substanz wird in Pastillenform gepreßt, im Platinschälchen abgewogen und in der Bombe die Verbrennung ausgeführt.

Beispiel: Normalsubstanz Benzoesäure (1 g = 6324 cal), Einwaage 0,7320 g; Eisendraht 0,0070 g (Verbrennungswärme 1600 cal pro Gramm); Wasserfüllung 2000 g. Beobachtete Temperaturerhöhung korrigiert: 1,954°.

Verbrennungswärme der eingewogenen	
Normalsubstanz 0,7320 · 6324	4629,2 cal
Zündung 0,0070 · 1600	11,2 „
	4640,4 cal
1,954° Temperaturerhöhung entsprechen..	4640,4 cal
1° „ „ folglich.....	2374,8 „

Da 2000 g Wasser für 1° Temperaturerhöhung 2000 cal benötigen, wurden demnach an die Metallteile des Kalorimeters 2374,8 — 2000 = 374,8 cal abgegeben.

b) Arbeitsweise mit der Bombe. Die lufttrockene Kohle wird mit Hilfe einer Pastillenpresse zu einer festen Pastille von

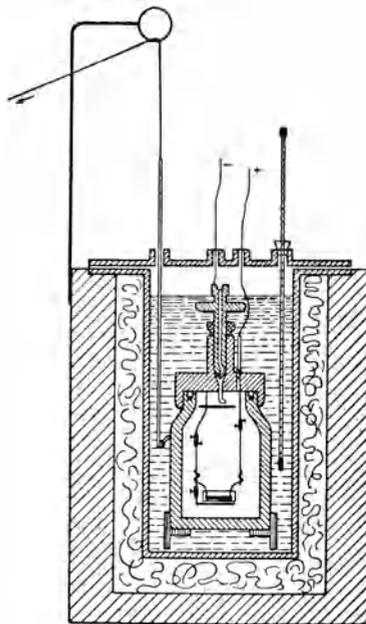


Abb. 276. Kalorimeter und Bombe.

zirka 0,8 g Gewicht gepreßt, in der Schlinge eines gewogenen Eisendrahtes befestigt und das Gewicht bestimmt. Der Eisendraht wird zwischen die Poldrahte der Bombe gespannt, letztere verschlossen, Sauerstoff durchgeleitet, bis die Luft daraus verdrangt ist, und nun weiter Sauerstoff eingepreßt, bis ein Druck von 25 Atm. erreicht ist. Die festverschlossene Bombe bringt man in das Kalorimeter, in das man das Wasser eingewogen hat (die gleiche Menge wie bei der Wasserwertbestimmung), befestigt das Thermometer im Halter, legt beide Deckel auf und setzt das Ruhrwerk in Gang.

Die Temperatur des Kalorimeterwassers stellt man so ein, da sie etwa 1° unter Zimmertemperatur, bzw. unter der Temperatur des Wassers im Mantel liegt. Nun wird 5 Minuten geruhrt, wobei das Thermometer jede Minute abgelesen wird. Zu Beginn der 6. Minute schaltet man den Strom ein, wodurch Zundung und augenblickliche Verbrennung der Kohle in der Bombe stattfindet. Das Thermometer steigt schnell an und wird wiederum von Minute zu Minute abgelesen. Nachdem der Hochststand erreicht ist (nach 3 bis 6 Minuten) beginnt der Nachversuch, bei dem die Temperatur wieder langsam fallt. Auch jetzt wird die Temperatur durch 5 Minuten jede Minute abgelesen.

Bei genauen Messungen ist eine Korrektur fur die Abkuhlung zu errechnen, die aber dann sehr gering ist, wenn man 1° unter der Lufttemperatur beginnt; die Endtemperatur liegt dann zirka 1° uber Lufttemperatur.

Da bei der Verbrennung der Kohle aus dem enthaltenen Schwefel Schwefelsaure und aus dem Stickstoff, der in der Bombe restlich verbliebenen Luft Salpetersaure entsteht, mute ebenfalls eine Korrektur fur diese in Rechnung gezogen werden. Da aber der Schwefel jedesmal bestimmt werden mute, die Korrektur auerdem sehr gering ist, wird meist auf die Berucksichtigung derselben verzichtet.

An die aus dem Kalorimeter herausgenommene Bombe kann nun ein gewogenes Chlorcalcium-U-Rohr angeschlossen werden und nach Offnen des Bombenventils die Bombe in einem Glycerinbad auf 120° unter Durchdrucken getrockneter Luft erhitzt werden. Die Gewichtszunahme des U-Rohres ist gleich dem Wasser, welches in der Bombe gebildet wurde.

Das Wasser kann aber auch durch Elementaranalyse ermittelt werden, durch Bestimmung des Wasserstoffs + dem in der Kohle vorhandenen Feuchtigkeitswasser.

c) Beispiel: Die eingewogene lufttrockene Kohle hatte eine **Gruben-**feuchtigkeit von 12%.

Einwaage:	Kohle + Eisendraht.....	0,8692 g
	Eisendraht	0,0092 „
	Kohle	0,8600 g

Temperaturablesungen:

Vorversuch, Minute ...	0	21,001°	} Der mittlere Temperaturanstieg pro Minute beträgt 0,019 : 5 = 0,0038, das entspricht einem mittleren Temperaturabfall $d_1 = -0,0038^\circ$.
	1	21,004°	
	2	21,008°	
	3	21,013°	
	4	21,016°	
Hauptversuch, Zündung	5	21,020°	} $n = 5$. Temperaturanstieg bis zum ersten fallenden $t = 2,012^\circ$.
	6	22,228°	
	7	22,892°	
	8	23,016°	
	9	23,033°	
Nahversuch	10	23,032°	} Der mittlere Temperaturabfall pro Minute beträgt 0,010 : 5 = 0,002°, $d_2 = +0,002^\circ$.
	11	23,028°	
	12	23,025°	
	13	23,024°	
	14	23,023°	
	15	23,022°	

Daraus errechnet sich nach der Formel von LANGBEIN die Korrektur für die Abkühlung:

$$k = (n - 1) \cdot d_2 + \frac{d_1 - d_2}{2}$$

Für unser Beispiel ist $k = +0,0051^\circ$.

Die korrigierte Temperatur

$$T = t + k = 2,012 + 0,0051 = 2,0171^\circ$$

Berechnung des oberen Heizwertes:

Temperaturerhöhung	2,0171°
Wasserwert	2374,8 cal
2374,8 · 2,0171 =	4790,1 cal
Korrektur für die Zündung 0,0092 · 1600 ..	-14,7 „
	<hr/>
	4775,4 cal.

Durch Ermittlung des Schwefelsäure- und Salpetersäuregehaltes im Verbrennungswasser in der Bombe kann die Korrektur für diese ermittelt werden, und zwar für 1 mg gebildete Schwefelsäure müssen 0,73 cal und für 1 mg Salpetersäure 0,23 cal in Abzug gebracht werden.

Die angewandte Substanzmenge ergibt 4775,4 cal, folglich ergibt 1 g der Kohle 4775,4 : 0,8600 = 5552,8 cal.

Berechnung des unteren Heizwertes:

Dieser errechnet sich aus dem oberen Heizwert durch Abzug der Kondensationswärme des in der Bombe entstandenen Wassers.

Die gefundene Wassermenge sei 0,4912 g.

0,8600 g Kohle geben..... 0,4912 · 600 = 294,7 cal,
folglich gibt 1 g Kohle 294,7 : 0,8600 = 342,6 „

Der untere Heizwert beträgt somit:

$$5552,8 - 342,6 = 5210,2 \text{ cal/g oder kcal/kg.}$$

Berechnung des effektiven Heizwertes:

Die lufttrockene Kohle (88% der ursprünglichen Kohle) hat einen effektiven Heizwert von..... $5210,2 \cdot 0,88 = 4585 \text{ kcal}$,
davon ist noch die Kondensationswärme der 12% Gruben-
feuchtigkeit abzuziehen $- 0,12 \cdot 600 = \underline{\quad 72 \quad}$ „
4513 kcal.

2. Elementaranalyse. Zur Berechnung des Heizwertes aus der Elementarzusammensetzung dient die „Verbandsformel“:

$$H_u = 81 \cdot C + 290 \cdot (H - \frac{1}{8} O) + 25 \cdot S - 6 \cdot W \text{ kcal/kg.}$$

Darin sind:

H_u der untere Heizwert,
 C Prozent Kohlenstoff,
 H Prozent Wasserstoff,
 O bei der Berechnung der Elementaranalyse zu 100 fehlender Rest,
 S Prozent Schwefel und
 W Prozent Feuchtigkeit.

Durchführung der Elementaranalyse nach LIEBIG. Eine gewogene Menge der zu untersuchenden Substanz (0,12 bis 0,2 g) wird in einem Verbrennungsrohr durch glühendes Kupferoxyd oxydiert und die entstandenen Produkte, Kohlendioxyd durch Kalilauge und Wasser durch Chlorcalcium absorbiert und gewogen. Die Verbrennung erfolgt im Sauerstoffstrom, der die anfangs durchgeleitete Luft während der Verbrennung ersetzt und durch einen Trockenapparat getrocknet wird.

Der *Trockenapparat* (Abb. 277) besteht für jedes der beiden Gase (Luft und Sauerstoff) aus einer Waschflasche mit Kalilauge 1:1 und einem Röhrensystem, gefüllt mit Natronkalk

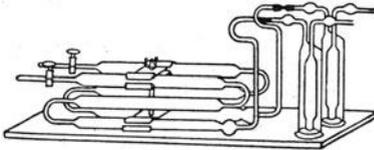


Abb. 277. Trockenapparat für die Elementaranalyse.



Abb. 278. Kaliapparat.

und Chlorcalcium oder anderen Trockenmitteln. Zwischen Verbrennungsrohr und Trockenapparatur ist ein Dreiweghahn eingeschaltet, der die Verbindung umzustellen gestattet. Die Sauerstoff- und Luftentnahme erfolgt aus Gasometern.

Das *Verbrennungsrohr* ist 95 cm lang, aus schwer schmelz-

barem Glas, besitzt zwei durchbohrte Gummistopfen, durch die das Gas eingeleitet, bzw. die Verbrennungsgase abgeleitet werden. Die Füllung des Rohres, beginnend von der Absorptionsapparatur, ist folgende: einige Zentimeter freier Raum, eine 10 cm lange Kupferspirale, eine 2 cm lange Kupferoxydspirale, 45 cm drahtförmiges Kupferoxyd, wiederum eine 2 cm lange Kupferoxydspirale, 10 cm freier Raum zur Aufnahme des Schiffchens mit der Substanz, eine 12 bis 15 cm lange Kupferoxydspirale und schließlich ein kurzer freier Raum.

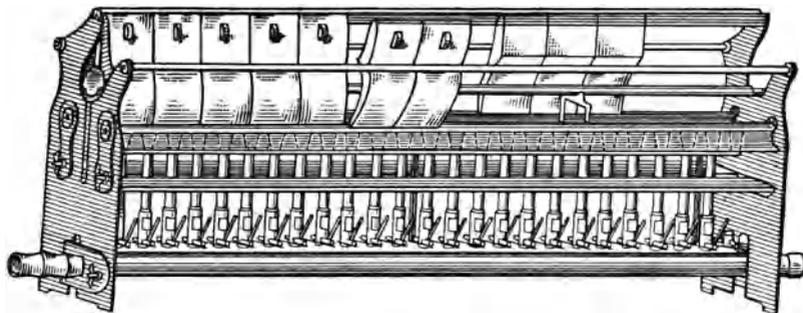


Abb. 279. Verbrennungsofen.

Als *Absorptionsapparate* dienen:

a) Chlorcalcium-U-Rohr. Vor dem erstmaligen Gebrauch muß durch dieses ein lebhafter Kohlendioxydstrom ($1/2$ Stunde lang) geleitet werden.

b) Kaliapparat nach dem Schraubenprinzip oder als GEISSLERscher Apparat (Abb. 278), gefüllt mit 50%iger Kalilauge. Eine Füllung reicht für zwei Verbrennungen aus. Der Apparat wird mit einem trockenen Tuch gereinigt.

c) An Stelle von Kaliapparat und Chlorcalciumrohr können zwei U-Röhren, von denen eines mit Askarit (einer Mischung von Asbest und Kaliumhydroxyd) oder Natronasbest zur Absorption der Kohlensäure, das andere mit Magnesiumperchlorat oder Phosphorpentoxyd zur Absorption des Wassers beschickt ist, verwendet werden.

Zum Schutz gegen die Feuchtigkeit und Kohlensäure der Außenluft wird an das Ende ein kleines Abschlußröhrchen angesetzt.

Der *Verbrennungsofen* (Abb. 279) besteht aus einer eisernen Schiene, in die das Verbrennungsrohr zu liegen kommt; die Heizung erfolgt durch Reihenbrenner. Um eine genügend hohe Temperatur

zu erzielen, ist das Verbrennungsrohr nach oben mit Kacheln abgedeckt. (Bei neueren Verbrennungsöfen wird mit kleineren Einwaagen gearbeitet und der Gang der Verbrennung durch ein Uhrwerk reguliert.)

Ausführung der Verbrennung: Die Absorptionsapparatur soll 1 Stunde im Waagenraum stehen. Eingewogen wird auf ein Porzellanschiffchen (Abb. 280). Nach dem Einsetzen des Schiffchens in das Verbrennungsrohr wird die Kupferoxydspirale vorgelegt und der Stopfen, der das Zuleitungsrohr trägt, angeschlossen. Zuvor wurde an das andere Ende die Absorptionsapparatur, bestehend aus Chlorcalciumrohr, Kaliapparat und einem weiteren Chlorcalciumrohr (für sich

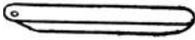


Abb. 280. Glühschiffchen.

oder direkt mit dem Kaliapparat verbunden; es dient zur Aufnahme der aus dem Kaliapparat mitgerissenen Feuchtigkeit), angesetzt.

Der Sauerstoffstrom, der die Luft aus dem Rohr verdrängt, ist so einzuschalten, daß alle 2 Sekunden eine Gasblase den Kaliapparat verläßt. Man entzündet die Brenner unter dem vorderen Teil des Kupferoxyds, später die beiden äußeren Brenner am hinteren Rohrende (in der Nähe der Sauerstoffeintrittsstelle) und deckt die entsprechenden Kacheln zu. Nachdem man die äußeren Teile auf mäßige Rotglut gebracht hat, rückt man mit dem Erhitzen allmählich gegen die Substanz vor, zunächst durch Zudecken weiterer Kacheln, dann durch Anzünden der näheren Brenner. Während der Verbrennung sollen nicht mehr als ein bis zwei Blasen in der Sekunde den Kaliapparat verlassen. Das im Rohrende sich anschlagende Kondenswasser wird durch Darüber- und Darunterhalten einer heißen Kachel in das Chlorcalciumrohr getrieben. Ist dies geschehen, so wird, sobald am Austrittsende Sauerstoff nachgewiesen werden kann (glühender Holzspan entflammt), dieser wiederum durch Durchleiten von Luft verdrängt und die Brenner werden langsam zurückgedreht.

Nach Beendigung der Verbrennung nimmt man die Absorptionsapparatur ab, versieht sie mit den Verschlusskappen und läßt sie vor der Wägung 1 Stunde im Waagenraum stehen.

Das Einsetzen einer reduzierten Kupferspirale in das Verbrennungsrohr ist dann erforderlich, wenn die zu verbrennende Substanz Stickstoff enthält. Die Reduktion der Spirale wird so vorgenommen, daß man sie zum Glühen bringt und darauf in ein Einschmelzrohr gleiten läßt, auf dessen Boden sich etwas Glaswolle und zirka 1 ccm reiner Methylalkohol befinden. Nachdem die Flamme ausgebrannt hat, wird ein durchbohrter Stopfen aufgesetzt und das Rohr an die Vakuumpumpe angeschlossen.

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.

OST-RASSOV: Lehrbuch der chemischen Technologie, 22. Aufl. 1941. Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

32. Arbeiten mit dem elektrischen Strom.**A. Allgemeines.**

Alle Arbeiten mit elektrischem Strom sind mit der nötigen Vorsicht auszuführen. An elektrischen Leitungen darf nur bei ausgeschaltetem Strom gearbeitet werden.

1. Ohmsches Gesetz. Das Grundgesetz der fließenden Elektrizität, das OHMSche Gesetz, lautet:

$$\text{Stromstärke} = \frac{\text{Spannung}}{\text{Widerstand}}$$

Als *Stromstärke* bezeichnet man die in der Zeiteinheit durch den Querschnitt des Leiters fließende Elektrizitätsmenge. Die Stärke 1 Ampere hat jener konstante Strom, der in der Sekunde 1,118 mg Silber abscheidet.

Die Elektrizität hat eine gewisse *Spannung*, welche um so größer ist, je größer die Menge der angesammelten Elektrizität und je kleiner der Körper ist, auf welchem sie sich befindet. Herrscht zwischen den Enden eines Körpers eine elektrische Spannung, so erfolgt eine Bewegung der Ladungen, es entsteht ein elektrischer Strom, der so lange dauert, bis die Spannung zwischen den Enden des Leiters auf Null gesunken ist. Die Einheit der Spannung ist 1 Volt, das ist jene elektromotorische Kraft, welche in dem Widerstand 1 Ohm einen Strom von 1 Ampere erzeugt.

Die Einheit des *Widerstandes* ist 1 Ohm. Diesen Widerstand erzeugt eine Quecksilbersäule von 1,063 m Länge und 14,4521 g Gewicht bei 0°. Diese Säule besitzt einen Querschnitt von 1 qmm.

Der elektrische Leitungswiderstand ist abhängig von dem Material des Leiters, von seiner Länge und seinem Querschnitt. Der Widerstand von Metallen wächst mit ihrer Erwärmung.

Die Einheit der Elektrizitätsmenge, das ist das Produkt:

1 Ampere \times 1 Sekunde ist 1 Coulomb.

1 Watt = 1 Volt \times 1 Ampere.

1 Wattsekunde = 1 Joule ist das elektrische Maß für die Arbeitseinheit.

Höhere Arbeitsgrößen drückt man im tausendfachen Maß, und zwar in Kilowattstunden aus.

2. Wirkungen des elektrischen Stromes. 1. Ein von einem elektrischen Strom durchflossener Leiter ist von einem Magnetfeld umgeben.

2. Wird ein Leiter von einem Strom durchflossen, findet Erwärmung des Leiters statt (Glühlampen).

3. In flüssigen Leitern treten beim Durchgang des Stromes chemische Veränderungen auf. Dieser Vorgang wird als Elektrolyse bezeichnet.

4. Lichtwirkungen beim Durchgang des Stromes durch eine fast luftleer gepumpte Röhre (Lichtreklame).

3. Meßinstrumente. Wir müssen unterscheiden zwischen Gleichstrom und Wechselstrom; von letzterem spricht man dann, wenn sich die Richtung des Stromes periodisch ändert.

Zur Messung von Stromstärke, Spannung und Leistung dienen *Zeigerinstrumente*, die darauf beruhen, daß ein sie durchfließender Strom durch seine elektrische, magnetische oder thermische Wirkung die Bewegung und Einstellung des Zeigers hervorruft.

Da sie meist nur geringe Widerstände und dünne Drähte besitzen, lassen sich mit ihnen nur kleine Strommengen und Spannungen messen (Millivolt- und Milliampereometer). Zur Messung höherer Spannungen müssen Widerstände vorgeschaltet werden. Dabei muß, wenn das Instrument die x -fache Spannung messen soll, der Gesamtwiderstand auf den x -fachen Betrag gebracht werden. Beispiel: Mit einem Voltmeter für 0,15 Volt, das 25 Ohm Widerstand besitzt, sollen 150 Volt gemessen werden. Der Gesamtwiderstand muß nach dem Vorhergesagten auf 25000 Ohm erhöht werden, folglich ist eine Vorschaltung von 24975 Ohm notwendig.

Zur Messung größerer Stromstärken legt man das Instrument in Nebenschluß an einen geringen Widerstand, so daß es nur von einem Teil des zu messenden Stromes durchflossen wird.

a) Weicheiseninstrumente. Ein kleines Stück weichen Eisens wird durch den zu messenden Strom in eine von ihm durchflossene Spule gegen die Kraft einer Feder hineingezogen. Ein mit dem Eisen verbundener Zeiger gibt auf einer Skala den Wert an.

b) Hitzdrahtinstrumente. Der Strom durchfließt und erhitzt einen dünnen Draht (Platin-Iridium). Die durch die Erhitzung bewirkte Verlängerung wird in vergrößertem Maße auf einen Zeiger übertragen.

c) Drehspulenzinstrumente. Die einander nahe gegenüberstehenden Pole eines starken, permanenten Magneten besitzen eine zylindrische Bohrung, in der sich ein axialer Eisenzylinder von solchem Durchmesser befindet, daß nur ein schmaler, ringförmiger Spalt frei bleibt. In diesem dreht sich die vom Meßstrom durchflossene, auf einen Spiralrahmen gewickelte Spule. Der Ablenkung, die sie durch die Wechselwirkung zwischen Strom und Magnet erfährt, wirken Federn entgegen und führen zu der der Stromstärke proportionalen Einstellung.

d) Messung des Widerstandes. α) Man kann den unbekanntem Widerstand R in einen Stromkreis einschalten und die Spannung V zwischen den Enden des Widerstandes messen, wenn gleichzeitig die durchgehende Stromstärke J gemessen wird. Es ist dann

$$R = \frac{V}{J}.$$

β) Nach der Substitutionsmethode. Man ersetzt den unbekanntem Widerstand durch einen bekannten, der so lange verändert wird, bis die gleiche Stromstärke herrscht wie zuvor. Der abgelesene Betrag in Ohm ist gleich dem unbekanntem Widerstand.

γ) WHEATSTONESche Brücke (Abb. 281). W der zu messende Widerstand, R bekannter Widerstand, a und b Meßdrähte von bekanntem Widerstand und bekannter Länge. Es verhält sich

$$W : R = a : b,$$

$$W = \frac{a}{b} \cdot R.$$

Man muß den Brückenkontakt so lange verschieben, bis das Galvanometer keinen Ausschlag mehr anzeigt (die Brücke ist dann stromfrei) und berechnet nach obiger Formel den Widerstand. Bei Wechselstrom verwendet man statt des Galvanometers ein Telephon.

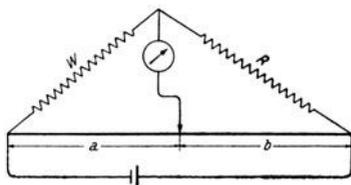


Abb. 281. WHEATSTONESche Brücke.

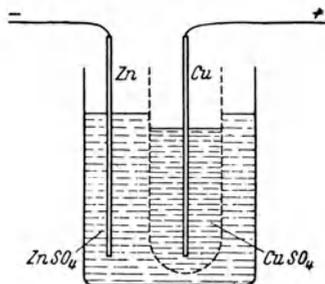


Abb. 282. DANIELL-Element.

4. Stromquellen. a) Herstellung konstanter Spannungen. *Galvanische Elemente:* Taucht man zwei Platten verschiedener Metalle oder metallisch leitender Stoffe, wie Kohle, Bleioxyd, Bleisuperoxyd, in Wasser oder in die wäßrige Lösung eines Salzes, in eine Säure oder Lauge, so kann man zwischen den Platten eine elektrische Spannung feststellen. Sie ist sehr gering und außerdem abhängig vom Material der Platten. Man kann auf Grund dieser Eigenschaft die Metalle in eine sog. Spannungsreihe ordnen, derart, daß jedes Metall gegen ein in der Reihe später aufgezähltes Metall in Wasser eingetaucht positiv geladen, gegen ein vorherstehendes negativ geladen erscheint.

+ Kohle, Platin, Silber, Kupfer, Eisen, Zinn, Blei, Zink, Aluminium, Magnesium, Natrium—.

Zwei verschiedene Metalle, die in eine Flüssigkeit eintauchen, bilden ein galvanisches Element. Die beiden Platten bezeichnet man als Elektroden, die Flüssigkeit als Elektrolyt. Die aus dem Elektrolyten herausragenden Enden heißen Pole. Die zwischen letzteren gemessene Spannung ist die Klemmenspannung. Sind die beiden Elektroden durch eine Leitung verbunden, so liegt ein „geschlossenes“ Element, ist keine leitende Verbindung vorhanden, ein „offenes“ Element vor.

DANIELL-Element (Abb. 282): Die Kupferelektrode taucht in eine wäßrige Kupfersulfatlösung, die Zinkelektrode in eine wäßrige Zinksulfatlösung ein. Die beiden Lösungen sind durch eine

poröse Tonwand voneinander getrennt. Das Zink bildet den negativen, das Kupfer den positiven Pol.

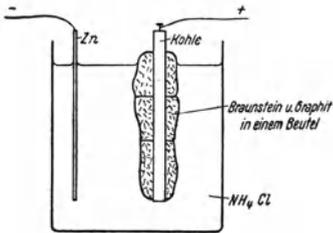


Abb. 283. LECLANCHÉ-Element.

LECLANCHÉ-Element (Abb. 283): Amalgamiertes Zink taucht in eine 10- bis 20%ige Ammonchloridlösung. Der positive Pol besteht aus Kohle und Braunstein.

Dieses Element wurde auch als Trockenelement ausgebildet, bei dem die Ammonchloridlösung mit wasseranziehenden Stoffen versetzt und durch Zusatz von Sägespänen verdickt ist. Dieser Brei ist dann mit Pech oder Paraffin übergossen.

Bleiakkumulator (Abb. 284): Stellt man zwei Bleiplatten, die von einer Bleioxydschicht überzogen sind, in ein mit verd. Schwefelsäure gefülltes Gefäß und schickt einen Strom hindurch, so wird zunächst das Bleioxyd in Bleisulfat verwandelt und dieses an der Anodenplatte zu Bleisuperoxyd oxydiert, während das Bleisulfat an der Kathodenplatte zu metallischem Blei reduziert wird.

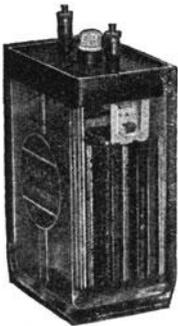


Abb. 284. Blei-Akkumulator.

Nachdem der elektrische Strom genügend lange durch den Apparat geschickt wurde, steht eine metallisch reine Bleiplatte einer Bleisuperoxydplatte gegenüber.

Verbindet man die beiden Platten leitend miteinander, so fließt ein dem vorherigen entgegengesetzter Strom im Schließungsdraht von der Bleisuperoxyd- zur Bleiplatte und erzeugt in beiden Bleisulfat. Die Platte, die bei der Stromdurchschickung Anode war, ist für den äußeren Leiterkreis ebenfalls der positive Pol und die frühere Kathode bleibt der negative Pol. Den ersten Vorgang nennt man das Laden, die Stromentnahme das Entladen.

Beim Entladen sinkt die Schwefelsäurekonzentration, daher ist die Messung derselben ein gutes Mittel, den Entladungszustand festzustellen.

Die Entladung soll nicht weiter fortgesetzt werden, wenn die Spannung auf 1,8 Volt gesunken ist. Die Ladespannung beträgt durchschnittlich 2,3 Volt, die Entladespannung 1,9 Volt.

Die Kapazität beträgt zirka 5 bis 10 Amperestunden pro Quadratdezimeter positiver Plattengröße.

Alkalischer Akkumulator: Im geladenen Zustand besteht die Kathode, die mit dem negativen Pol der Stromquelle verbunden

ist, aus feinverteiltem Eisen, die Anode, die mit dem positiven Pol der Stromquelle verbunden ist, aus Nickel-3-hydroxyd. Als Elektrolyt dient 20%ige Kalilauge mit etwas Lithiumzusatz. Beim Entladen geht das Eisen in Ferrohydroxyd über, an der Anode bildet sich Nickel-2-hydroxyd.

Die Entladespannung ist im Mittel 1,2 Volt.

Der alkalische Akkumulator ist im Gegensatz zum Bleiakkumulator unempfindlich gegen längeres Lagern ohne Stromentnahme und sehr unempfindlich gegen starke Erschütterungen.

b) Herstellung beliebiger Spannungen. Eine größere Zahl von Elementen wird so geschaltet, daß jeweils der positive Pol des einen Elements mit dem negativen Pol des folgenden leitend verbunden wird. Diese Schaltung nennt man Hintereinander- (auch Reihen- oder Serien-) Schaltung. Man erhält eine Batterie.

Die Spannung zwischen den offenen Enden einer Batterie aus mehreren hintereinandergeschalteten Elementen ist gleich der Summe der Spannung der einzelnen Elemente.

Verbindet man die gleichnamigen Pole gleicher Elemente (Parallel- oder Nebeneinanderschaltung), so ist die Spannung der erhaltenen Batterie gleich der eines einzigen Elements.

Zur Feststellung des positiven und negativen Poles z. B. eines Akkumulators verbindet man seine beiden Pole leitend mit einem feuchten, mit Kochsalzlösung und Phenolphthalein getränkten Filtrierpapier. An der Berührungsstelle mit dem negativen Pol tritt Rötung ein (Bildung von NaOH durch Elektrolyse).

c) Verwendung des Lichtstromes. Vorhanden sei z. B. Gleichstrom von 220 Volt, aus einer Steckdose zu entnehmen. Gebraucht würde ein Strom von 1 Ampere für eine elektrolytische Kupferbestimmung.

Die beiden Drahtenden führen mit Hilfe von Bananensteckern zur Steckdose. Zur Feststellung der Pole taucht man die beiden freien Drahtenden (Zwischenschaltung eines Widerstandes) in ein Glas mit Wasser; am negativen Pol tritt Gasentwicklung ein. Nun wird der negative Pol mit der Kathode (Zwischenschaltung eines Amperemeters) und der positive Pol unter Zwischenschaltung eines entsprechenden Widerstandes mit der Anode der Elektrolysezelle verbunden. Als Widerstand benutzt man im einfachsten Fall Glühlampen. Für unsere Annahme würde man z. B. vier Stück 60-Watt-Lampen benötigen ($60 : 220 = 0,27$; $0,27 \times 4 = 1,08$ Ampere), die parallel geschaltet werden.

Wechselstrom muß durch einen Gleichrichter in Gleichstrom umgewandelt werden.

5. Ausführung von Widerständen. Der *Stöpselrheostat* (Abb. 285)

enthält Drähte von geeigneten Widerständen, die so zusammengestellt sind, daß die beiden Enden jedes einzelnen Widerstandes mit den zwei nebeneinanderliegenden dicken Metallklötzen auf dem Deckel verbunden sind. Je zwei Metallklötzchen können nun durch eingesetzte Stöpsel leitend miteinander verbunden werden, so daß ein an die Zuleitungsstellen angeschlossener Strom unmittelbar durch den Stöpsel läuft. Ist dagegen ein

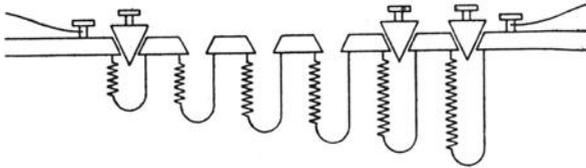


Abb. 285. Stöpselrheostat.

Stöpsel herausgezogen, muß der Strom den unter dem Stöpsel liegenden Widerstand durchfließen. Durch Herausziehen verschiedener Stöpsel kann man beliebige Widerstände einstellen.

Soll ein Strom durch Einschalten größerer Widerstände geschwächt oder geregelt werden, verwendet man *Schieber- und Kurbelwiderstände* (Abb. 286).

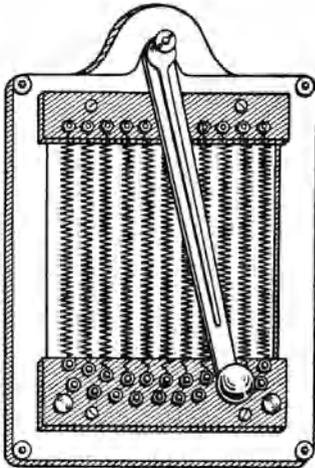


Abb. 286. Kurbelwiderstand.

Bei der *Hintereinanderschaltung von Widerständen* ist der Gesamt Widerstand gleich der Summe der Einzelwiderstände. Bei der *Parallelschaltung von Widerständen* ist der reziproke

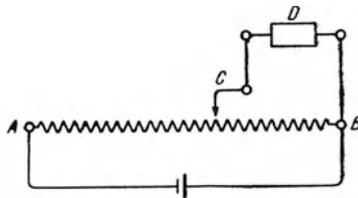


Abb. 287. Potentiometerschaltung.

Wert des Gesamtwiderstandes gleich der Summe der reziproken Werte der Einzelwiderstände.

Beim Durchfließen des Stromes durch einen Leiter findet ein *Spannungsabfall* (Spannungsverlust) statt. Diese Erscheinung kann dazu benutzt werden, um beliebig kleine Spannungen von einer größeren abzuzweigen (Abb. 287).

Ist der Widerstand eines Leiterzweiges AB gleich R , der Widerstand zwischen BC z. B. gleich $\frac{1}{10} R$, dann ist auch die zwischen B und C herrschende Spannung nur der zehnte Teil der zwischen den Punkten A und B des stromdurchflossenen Leiters herrschenden Spannung (Potentiometerschaltung).

Man kann also die zwischen C und B befindliche Spannung als elektromotorische Kraft für eine Anordnung D benutzen, vorausgesetzt, daß der Widerstand von D sehr groß ist gegen den Widerstand CB .

Will man etwa mit Hilfe eines Akkumulators, dessen elektromotorische Kraft 2 Volt beträgt, eine Spannung von 0,001 Volt herstellen, so kann man mit Hilfe eines geeigneten Widerstandes einen Stromkreis bilden, der z. B. 2000 Ohm Widerstand hat und nun von einem 1 Ohm zeigenden Teil dieses Kreises abzweigen.

B. Elektrische Heizung.

Die elektrische Heizung weist gegenüber der Gasheizung folgende Vorteile auf: geringer Umfang, Reinlichkeit, Bequemlichkeit, einfache Regulierfähigkeit und Anpassungsfähigkeit.

Nach praktischen Gesichtspunkten kommen hauptsächlich drei Arten der elektrischen Heizung in Frage:

- a) Wickelöfen,
- b) Kurzschlußöfen und
- c) Kohlegrießöfen (Kryptolöfen).

Die Wickelöfen kommen in Betracht für relativ schwache Ströme und höhere Spannungen (50 bis 200 Volt), die Kurzschlußöfen für starke Ströme und kleine Spannungen und die Kryptolöfen für Lichtbogenbetrieb.

a) Wickelöfen. Ein Heizdraht wird spiralig um den zu heizenden Körper selbst oder ein als Ofen dienendes Rohr gewickelt. Als Drahtmaterialien kommen Metalle in Frage, die eine hohe Temperatur aushalten und sich möglichst wenig oxydieren. Bis 800° verwendet man Eisen, Nickelchrom, Wolfram, bis 1500° Platin. Der Querschnitt des verwendeten Drahtes richtet sich nach der zur Verfügung stehenden Amperezahl. Nickeldraht soll möglichst eine Stärke von 1 bis 1,5 mm besitzen, dünnerer Draht unterliegt der Gefahr des leichten Durchbrennens. Letzteres wird verhindert durch möglichsten Luftabschluß (Einbau in glasiertes Porzellan). Vorteilhaft verwendet man statt Draht Metallbänder (z. B. 0,05 mm dick und 7 mm breit), da diese die Wärme besser auf den Heizkörper übertragen.

Als Ofenmaterial kommen in Betracht Porzellan, MARQUARDT'sche Masse, Silit, Aluminiumoxyd, Magnesia und für niedrige Temperaturen mit Asbestpapier und etwas Wasserglas beklebte Metallröhren.

Die Mitte des Ofens verliert durch Leitung und Strahlung weniger Wärme als die Enden. Es empfiehlt sich daher, den Widerstandsdraht an den Enden dichter zu wickeln als in der Mitte.



Abb. 288. Elektrischer Röhrenofen.

Die Windungen werden mit einer Kittmasse (Brei von zirka gleichen Teilen stark geglühter und feingepulverter Magnesia und siliciumfreier Tonerde mit Wasser) bestrichen und getrocknet. Um die so bearbeitete Röhre wird ein Mantel aus Asbestpappe gegen Strahlung nach außen gelegt, der mit gebrannter Magnesia, Kieselsäure, gepulverter Holzkohle in 5 bis 10 cm dicker Schicht ausgefüllt ist.



Abb. 289. Elektrischer Tiegelofen.

Der Durchmesser des Drahtes soll für eine zu erzielende Temperatur t nicht kleiner sein als etwa $0,00025 \cdot t$ mm.

Die Windungen werden mit einer Kittmasse (Brei von zirka gleichen Teilen stark geglühter und feingepulverter Magnesia und siliciumfreier Tonerde mit Wasser) bestrichen und getrocknet. Um die so bearbeitete Röhre wird ein Mantel aus Asbestpappe gegen Strahlung nach außen gelegt, der mit gebrannter Magnesia, Kieselsäure, gepulverter Holzkohle in 5 bis 10 cm dicker Schicht ausgefüllt ist.

Wichtig ist das Vermeiden von Luftströmungen. Am ungünstigsten sind daher beiderseits offene Röhrenöfen mit vertikaler Achse, günstiger solche mit horizontaler Achse (Abb. 288), noch besser einseitig geschlossene Gefäßöfen.

Solche als Tiegelöfen (Abb. 289) gebaute Heizvorrichtungen werden hergestellt, indem man um einen Schamottebecher bzw. einen Eisenbecher mit Asbestpappenzwischenlage den Widerstandsdraht wickelt, die Wicklungen in einen Kitt von Magnesiumoxyd-Asbestmehl-Wasserglas einpackt und damit fixiert und das Ganze in ein großes Eisengefäß gibt und die Zwischenräume mit einem Isoliermaterial vollkommen ausfüllt. Im allgemeinen verwendet man Chromnickeldraht von 1 mm Stärke (bei Platin-

draht genügt eine Stärke von 0,3 bis 0,4 mm). Soll, was für höhere Temperaturen nötig ist, viel Draht aufgebracht werden, macht man zwei Wicklungen, die aber gleich lang sein müssen, da sich ansonst die kürzere stärker erhitzt.

b) Kurzschlußöfen. Als Ofen dient ein stromdurchflossenes Rohr aus Metall (Platin) oder Kohle.

c) Lichtbogenöfen. Bei den Strahlungsöfen wird das Schmelz- oder Heizgut der vom Lichtbogen ausgestrahlten Hitze ausgesetzt, ohne selbst an der Stromleitung teilzunehmen. Der Lichtbogen spielt zwischen den Enden zweier Kohlenstäbe.

Der Lichtbogen kann auch zwischen einem Kohlenstab und dem Schmelzgut selbst erzeugt werden, wodurch sehr hohe Temperaturen erzielt werden können.

Selbtherstellung eines elektrischen Röhrenofens.

I. Berechnung der Drahtwicklung. *Beispiel 1.* Die zu erreichende Temperatur sei 800° , die gegebene Spannung 110 Volt.

Dimensionen der Röhre: Durchmesser 12,5 cm, Länge 16 cm; daraus berechnet sich der Umfang $U = 39,3$ cm.

Die Heizfläche beträgt demnach abgerundet 630 qcm.

Der Energieverbrauch wird aus der beigefügten Tabelle ermittelt.

Energieverbrauch elektrischer Öfen in Watt je Quadratcentimeter Heizfläche:					
300°	0,22	700°	1,02	1000°	1,90
400°	0,40	800°	1,29	1100°	2,28
500°	0,59	900°	1,58	1200°	2,70
600°	0,80				

Er beträgt für unser Beispiel $1,29 \cdot 630 =$ abgerundet 820 Watt, wobei angenommen wird, daß die Energie allein zum Beheizen des Ofens gebraucht wird. Werden aber z. B. Gase durchgeleitet, findet ein besonderer Wärmeentzug statt, der bei der Rechnung eigens berücksichtigt werden mußte.

Die Amperezahl berechnet sich zu $820 : 110 = 7,5$ Ampere und der Gesamtwiderstand des Ofens $110 : 7,5 = 14,6$ Ohm.

Da der Abstand zwischen den einzelnen Wicklungen 0,5 bis 1 cm (bei schwachen Drähten von unter 1 mm Durchmesser 0,25 bis 0,5 cm) betragen soll, ergibt sich, daß folgende Drahtlänge angebracht werden kann:

$$\frac{16}{0,5} \cdot 39,3 \text{ bis } \frac{16}{1} \cdot 39,3, \text{ das ist gleich } 1260 \text{ bis } 630 \text{ cm.}$$

In Frage kommt also nur ein Draht von $\frac{14,6}{1260}$ bis $\frac{14,6}{630}$, das ist also 0,0116 bis 0,0232 Ohm pro Zentimeter oder 1,16 bis 2,32 Ohm pro Meter.

Aus der *Tabelle der Lieferfirma* wird nun der passende Draht ausgesucht. Für die Wicklung soll beispielsweise Megapyr I (Chrom-Eisen-Aluminium-Legierung) verwendet werden.

Tabelle 1. Widerstand von Megapyr-I-Draht
(„Heraeus“ Hanau).

Drahtdurchmesser in Millimeter	Ohm pro Meter Drahtlänge	Drahtdurchmesser in Millimeter	Ohm pro Meter Drahtlänge
10	0,0178	2	0,445
8	0,0279	1,3	1,05
6	0,0495	1,2	1,24
5	0,0713	1,1	1,47
4	0,111	1,0	1,78
3	0,198	0,9	2,20
2,5	0,285	0,8	2,79

Demnach kann der Draht, der dem oben berechneten Widerstand entspricht, einen Durchmesser von 1,2 bis 0,9 mm besitzen. Aus der zweiten Tabelle wird nun ermittelt, ob dieser Draht der geforderten Amperezahl genügt. Dabei ist zu beachten, daß beispielsweise die angeführte Tabelle 2 der Lieferfirma die Strombelastung von freigespannten Drähten bei verschiedenen Temperaturen angibt. Für isolierte Drähte, wie dies bei unserem Ofen der Fall ist, und als Sicherungsmaßnahme zur Verlängerung der Lebensdauer der Drähte soll man nur mit zirka 50% der angegebenen Maximalamperezahl belasten.

Tabelle 2. Strombelastung freigespannter Drähte aus
Megapyr I in Ampere.

Drahtdurchmesser in Millimeter	600°	800°	1000°	1200°
8	170	283	339	470
5	98	137	196	264
4	75,4	103,5	144	198,5
3	50,7	72,5	97,4	135,5
2,5	37,2	54,1	69,5	105,5
2	26,7	37,2	48,4	76,5
1,3	14,5	19,8	25,8	40,7
1,2	13,02	17,6	23,3	36,2
1,1	11,54	15,5	20,6	31,9
1,0	10,05	13,5	18,4	27,8
0,9	8,7	11,6	15,8	24,8

Dem Durchmesser 1,2 bis 0,9 mm entsprechen bei 800° die Amperezahlen 17,6 bis 11,6, davon werden 50% in Rechnung gesetzt, das sind 8,8 bis 5,8 Ampere.

Die zuvor berechnete Amperezahl war 7,5, es kommt daher nur ein Draht von 1,2 oder 1,1 mm Durchmesser in Betracht. Von diesen beiden sei beispielsweise der Draht 1,1 mm vorrätig.

Für diesen errechnen wir nun die endgültige Wicklung:

$$\begin{aligned} \text{Länge der Wicklung in Zentimetern} &= \\ &= \frac{\text{Gesamtwiderstand}}{\text{Widerstand des Drahtes pro Zentimeter}} = \frac{14,6}{0,0147} = 1000 \text{ cm.} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Anzahl der Windungen} &= \\ &= \frac{\text{Länge der Wicklung in Zentimetern}}{\text{Umfang des Rohres in Zentimetern}} = \frac{1000}{39,3} = 25,5. \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mittlerer Abstand der Windungen} &= \\ &= \frac{\text{Länge der Heizfläche in Zentimetern}}{\text{Anzahl der Windungen}} = \frac{16}{25,5} = 0,63 \text{ cm.} \end{aligned}$$

Beispiel 2. Heiztemperatur 1000°, Volt 55; Umfang des Rohres 40 cm, Länge 50 cm; daraus die Heizfläche 2000 qcm.

Energieverbrauch: $1,9 \cdot 2000 = 3800$ Watt;
daraus errechnet sich $3800 : 55 = 69,1$ Ampere,
 $55 : 69,1 = 0,796$ Ohm Gesamtwiderstand.

Die Länge des Drahtes ergibt sich zu 4000 bis 2000 cm, folglich kommt ein Draht vom Widerstand 0,0199 bis 0,0398 Ohm pro Meter in Frage. Als Widerstandsdraht wird wiederum Megapyr I verwendet.

Nach der Tabelle 1 käme daher ein Draht von 10 bis 8 mm Durchmesser in Betracht, der zwar nach der Tabelle 2 die Belastung aushielte, aber, was sich bei der weiteren Rechnung herausstellen würde, für den errechneten Abstand zu dick ist.

Eine gewöhnliche Wicklung ist daher unmöglich, sie muß bi- oder trifilar erfolgen (bei der bifilaren Wicklung wird der Draht in der Mitte geknickt, Abb. 290).

Die Länge eines Drahtes bei bifilaren Wicklungen entspricht der Hälfte (in unserem Fall also 2000 bis 1000 Zentimeter), bei trifilarer dem dritten Teil der ursprünglich berechneten Länge (1333 bis 666 cm).

Der Widerstand eines Drahtes ergibt sich aus der einfachen (monofilaren) Wicklung durch Multiplikation mit 4 bzw. 9. In unserem Fall

für bifilare Wicklung 0,0796 bis 0,1592 Ohm/m,
„ trifilare „ 0,1791 „ 0,3582 „

Die Belastung eines Drahtes ist wiederum nur die Hälfte bzw. ein Drittel, also 34,6 bzw. 23 Ampere.

Nach der Tabelle 1 kommen Drähte in Betracht von 5 bis 4 mm Durchmesser bei bifilarer und 3 bis 2,5 mm bei trifilarer Wicklung.

Wir verwenden einen Draht von 2,5 mm Durchmesser und trifilare Wicklung und errechnen die endgültigen Werte. Die zulässige Belastung laut Tabelle 2 wäre 69,5. Davon sind 50% 34,8, die der geforderten Amperezahl genügt.

$$\begin{aligned} \text{Drahtlänge} &= \frac{\text{Gesamtwiderstand} \times 2 \text{ bzw. } 3}{\text{Widerstand des Drahtes pro Zentimeter}} = \frac{0,796 \cdot 3}{0,00285} = \\ &= \frac{2,388}{0,00285} = 838 \text{ cm.} \end{aligned}$$

$$\text{Anzahl der Windungen: } \frac{838}{40} = 21.$$

$$\text{Abstand der einzelnen Windungen: } \frac{50}{21} = 2,5 \text{ cm.}$$



Abb. 290. Bifilare Wicklung.

II. Bau des Heizapparats. a) Bau eines Röhrenofens. Das Rohr (aus den vorher angeführten Ofenmaterialien hergestellt) wird vorteilhaft mit einer Lage Asbestpapier umgeben und an den Enden eine Rohrschelle aus Kupfer befestigt. Hier wird der Wicklungsdraht angesetzt und straff aufgewickelt (an den Enden etwas näher aneinander als in der Mitte). Die Wicklung wird mit einer Schicht Kaolinbrei oder einem Gemisch von einem Drittel Magnesiumoxyd und zwei Drittel Kaolin (zu einem Brei verrührt) bestrichen. Zur Sicherheit gegen das Berühren der Drähte kann zwischen sie eine Asbestschnur gewickelt werden.

An beiden Enden wird das Rohr durch Asbestpappescheiben gesteckt und mit Hilfe derselben im Ofengehäuse befestigt. Der Zwischenraum wird mit Schamottmehl oder Asbestwolle, vermischt mit zirka 10% Kohlegries, ausgefüllt.

Das Ofengehäuse soll im Durchmesser zirka viermal so groß sein wie das Heizrohr. Es besteht zumeist aus Blech mit Asbestpappe.

Das erste Anheizen des Ofens hat langsam zu erfolgen.

b) Herstellung eines Tauchsieders. Auf ein dünnwandiges Messingrohr wird der doppelt mit Seide umspinnene Widerstandsdraht von geeigneter Dimension bifilar aufgewickelt. Über das so bewickelte Messingrohr wird ein zweites dünnwandiges Messingrohr, das knapp über die Wicklung paßt, geschoben und am unteren Ende mit dem inneren Rohr flüssigkeitsdicht verlötet und sodann von außen vernickelt.

Solche Drahtheizkörper eignen sich nur für mäßig hohe Temperaturen und sind gefährdet durch mangelhafte Isolation nach außen bei leitenden Badflüssigkeiten.

c) Einen einfachen, brauchbaren Heizkörper erhält man durch Einstampfen von gutem Schuppengraphit in ein U-förmig gebogenes Hartglasrohr mit Metallzuleitungen an den Enden der Graphitsäule. Bei einer Länge von 40 cm und einem Durchmesser von 3 mm hat eine solche Säule einige 100 Ohm Widerstand, gibt also mit 110 Volt etwa 10 bis 20 Kal. pro Sekunde.

Die *Schaltung* der elektrischen Heizung muß außer der Stromquelle und Heizkörper auch einen Regulierwiderstand enthalten, unter Umständen ist die Miteinschaltung eines Amperemeters vorteilhaft.

Über *elektrisch geheizte Trockenschränke*, Exsiccatoren usw. siehe Seite 130. Zum Erhitzen niedrig siedender, leicht brennbarer Lösungsmittel dient am besten ein sog. „Lichtbad“ (Heizung durch eine Kohlenfadenlampe).

C. Elektrische Temperaturmessung.

Siehe im Abschnitt: Temperaturmessung, Seite 156.

D. Elektrolyse.

Taucht man zwei Streifen aus Platinblech, die mit den Polen einer kräftigen Batterie leitend verbunden sind, in die wäßrige Lösung eines Schwermetallsalzes, so wird die Lösung von einem Strom durchflossen und an den beiden Platinblechen findet Zersetzung statt. In den meisten Fällen wird an dem einen Platinblech das Metallsalz in wäg-

barer Form vollständig abgeschieden, was sich die Elektroanalyse zunutze macht.

Nach dem Gesetz von FARADAY werden durch eine gegebene Strommenge chemisch äquivalente Mengen verschiedener Stoffe zersetzt. 96 500 Coulomb scheiden 1 Gramm-Äquivalent ab.

a) Stromquellen: Bleiakumulatoren sind am geeignetsten, für einfache Analysen sind drei Stück (6 Volt) ausreichend.

Den gleichen Zweck erfüllen galvanische Elemente oder Gleichstromleitungen, von denen der Strom abzweigt wird.



Abb. 291. Drahtnetzkatode.

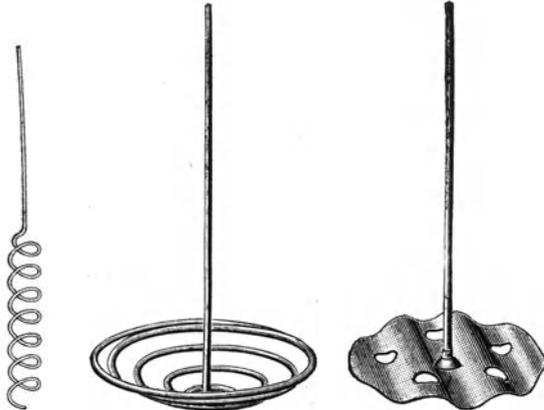


Abb. 292. Anoden.

b) Apparatebestandteile: Die Elektroden sollen ein möglichst kleines Gewicht und große Oberfläche haben. Als Elektrodenmaterial dient Platin oder Platiniridium.

Als Kathoden dienen Kathodenschalen oder zylindrische Drahtnetzelektroden (Abb. 291).

Die Anode besteht aus einer durchlocherten Platte oder einem Spiraldraht, der gleichzeitig als Rührer dienen kann (Abb. 292).

Beide Elektroden sollen bis zum Boden des Elektrolysebechers reichen. Als letzterer wird ein dünnwandiges Becherglas, in das die Netzelektrode mit wenig Spielraum hineinpaßt, verwendet.

Die Befestigung der Elektroden erfolgt mit Hilfe besonderer Stative, bestehend aus Messinghaltern an einem Glasstativ angeschraubt und als Schlitzklemmen ausgeführt. Das Elektrolysegefäß wird mit zwei Uhrghalhälften bedeckt (Abb. 293). Das Rühren kann außer durch Rührspindeln auch durch Einblasen von Gas bewerkstelligt werden, womöglich durch viele Kapillaröffnungen über den ganzen Querschnitt der Elektrode. Den Gasstrom setzt man in Gang, bevor die Lösung eingefüllt wird.

Beim Einfüllen der Flüssigkeit in den Elektrolysierbecher soll wenig Waschflüssigkeit zum Nachspülen verwendet werden. Die Unterbrechung der Elektrolyse wird durch Herausheben der rotierenden Elektrode vorgenommen.

Die Elektrode, auf welcher die Abscheidung erfolgen soll, muß sorgfältig gereinigt, bei 100° getrocknet und (nach dem Abkühlen im Exsiccator) gewogen werden.

c) Die Durchführung der Elektrolyse erfolgt entweder unter Beobachtung der Spannung (für die Trennung mehrerer Metalle) oder der Stromstärke (wenn die Güte des Niederschlages in hohem Maße von der Stromdichte abhängt).

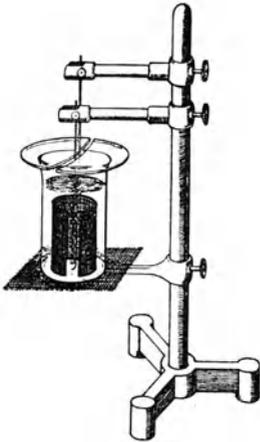


Abb. 293. Anordnung der Elektrolyse.

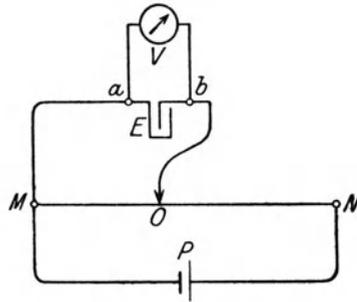


Abb. 294. Schaltungsschema einer Elektrolyse.

Unter *Stromdichte* versteht man das Verhältnis zwischen Stromstärke und Kathodenoberfläche.

Schaltungsschema (Abb. 294). Die aus einem bis drei Akkumulatoren bestehende Stromquelle P wird durch den Gefälldraht MN kurzgeschlossen. Den Widerstand des Drahtes wähle man nicht zu hoch, zweckmäßig betrage er so viel Ohm, als die Stromquelle Volt besitzt. Von M führt eine Verbindung direkt zu dem Pol der Elektrolysezelle E , während ihr anderer Pol mit dem auf MN verschiebbaren Gleitkontakt O verbunden ist.

Bei der Durchführung der Elektrolyse verschiebt man den Kontakt O so lange, bis der an E direkt angeschlossene (in Zehntel-Volt geteilte) Spannungsmesser V die gewünschte Spannung zeigt. Dann schaltet man die Elektrolyse ein und reguliert nach. Ein Amperemeter ist überflüssig. Will man es zur Kontrolle einschalten, muß dies zwischen M und a oder O und b geschehen.

E. Polarographie.

Prinzip. Elektrochemisch reduzierbare Stoffe werden nicht bei jeder beliebigen Spannung an der Kathode reduziert oder abgeschieden; für jeden Stoff ist eine ganz bestimmte Mindestspannung (Reduktionsspannung) dafür notwendig. Bei niedrigerer Spannung fließt durch die Lösung nur ein sehr kleiner Strom, der mit dem Erreichen der Reduktionsspannung stark ansteigt (plötzliches Ansteigen der aufgezeichneten Stromspannungskurve). Dieser Anstieg dauert nur so lange, bis die Umgebung der Kathode an reduzierbarem Stoff verarmt ist. Von nun an gelangt weitere reduzierbare Substanz nur durch Diffusion aus der Lösung zur

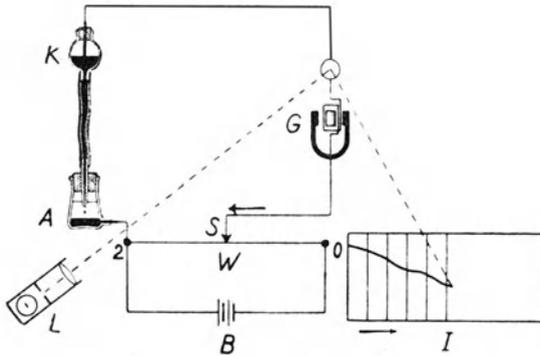


Abb. 295. Schematische Darstellung der Meßanordnung.

Kathode. Da diese Diffusion für einen Elektrolyten von bestimmter Zusammensetzung und Temperatur konstant ist, muß auch der Stromfluß („Diffusionsstrom“) konstant sein; seine Stärke ist proportional der Konzentration des reduzierbaren Stoffes in der Lösung.

Die polarographische Methode dient vor allem zur Ausführung von Serienanalysen (z. B. für die Bestimmung von Zink, Blei, Mangan, Sauerstoff usw.).

Die als Polarogramm bezeichnete aufgenommene Kurve, auf deren Abszissenachse die Spannungen und auf deren Ordinatenachse die Stromstärke (Galvanometeraus schläge) aufgetragen sind, gibt gleichzeitig Auskunft über qualitative und quantitative Anwesenheit der zu suchenden Stoffe.

Aus einer Lösung lassen sich unter geeigneten Bedingungen mehrere Lösungsbestandteile nebeneinander polarographieren; dabei geben die aufgezeichneten Reduktionsspannungen Aufschluß über das Vorhandensein der Stoffe, während die Höhe der einzelnen

„Stufen“ die quantitativen Verhältnisse anzeigt. Da jedoch bei der polarographischen Analyse nicht die absolute Menge des reduzierbaren Stoffes, sondern die in der Lösung herrschende Konzentration gemessen wird, muß daher mit dem Polarogramm, welches mit einer Lösung des gleichen Stoffes von bekanntem Gehalt und unter gleichen Bedingungen aufgenommen wurde (Eichkurve), verglichen werden.

Meßanordnung (Abb. 295 und Abbildung 296):

Der Boden des Becherglases *A* wird durch eine Quecksilberschicht bedeckt. Über dieser befindet sich die Analysenlösung, in die eine Quecksilbertropfelek-

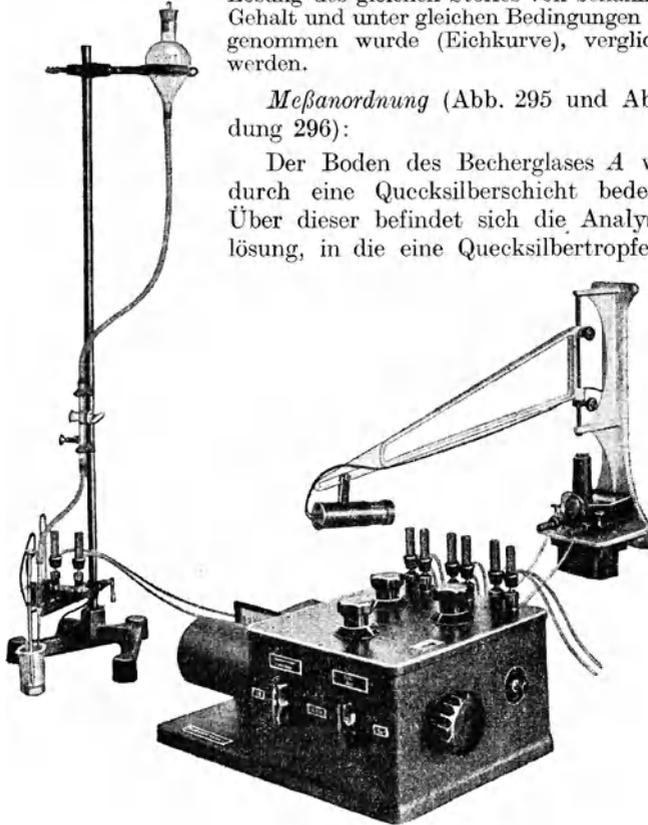


Abb. 296. Ansicht der Meßanordnung eines Polarographen (Leybold, Köln-Bayental).

trode eintaucht (die Kapillare, die mittels Schlauch mit dem Quecksilbervorratsgefäß *K* verbunden ist, endet oberhalb des Bodenquecksilbers). *A* und *K* bilden die beiden Elektroden, an die eine langsam und gleichmäßig steigende Spannung gelegt wird. Die Spannungssteigerung wird durch ein Potentiometer bewerkstelligt, welches durch einen Motor angetrieben wird. *W* ist der Widerstandsdraht des Potentiometers, an dessen Enden 2 oder 4 Volt eines Akkumulators (Spannungsquelle *B*) liegen. Der Kontakt *S* bewegt sich

während der Analyse gleichmäßig über den Widerstandsdraht. Gemessen wird der Strom, der durch die Lösung fließt, mit einem empfindlichen Spiegelgalvanometer G . Die Spannungskurve wird auf dem photographischen Papier I , welches um eine Walze herumgelegt ist, die ebenfalls durch den Motor angetrieben wird, aufgenommen. Die Belichtung erfolgt aus der Lampe L über das Galvanometer G , so daß je nach dem Ausschlag des Galvanometers die Richtung des reflektierten Lichtes geändert wird.

Durch das Abtropfen der Quecksilberelektrode (zwischen 12 und 30 Tropfen pro Minute) wird erreicht, daß in der Lösung stets eine neue, durch vorhergehende Elektrodenvorgänge unbeeinflusste, ideal glatte Elektrodenoberfläche vorhanden ist. Der Stromverbrauch dieser Elektrolyse ist so gering, daß nur ein verschwindend kleiner Bruchteil der Bestandteile der Lösung zersetzt wird (also vernachlässigt werden kann), so daß die Aufnahme der Stromspannungskurve beliebig wiederholt werden kann, ohne daß sich die Zusammensetzung der Lösung merklich ändert.

Da sich durch eine Änderung der Gesamtionenkonzentration eine wesentliche Änderung der Stufenhöhe ergeben würde, macht man sich durch Zugabe eines Überschusses an schwer reduzierbaren Fremdionen zur Untersuchungslösung von diesem Unsicherheitsfaktor frei. Durch Vereinigung dieser Zusätze (z. B. Ammonsalze) zu einer Grundlösung und Vermischen mit der Analysenlösung stellt man die Probelösung so ein, daß die Konzentration an Fremdionen etwa zehnmal größer ist als die der reduzierbaren Stoffe. Dadurch haben die kleinen Schwankungen zwischen den einzelnen Analysenansätzen keinen meßbaren Einfluß mehr auf die Stufenhöhe. Außerdem wird durch den Zusatz von Kolloiden (z. B. Tylose) zur Grundlösung erreicht, daß die bei Beginn der Reduktion mancher Ionen auftretenden überproportionalen Stromanstiege („Maxima“) verschwinden.

Benutzte Literatur:

- BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.
STÄHLER: Handbuch der Arbeitsmethoden in der anorganischen Chemie. 1913.
TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1939.
— Elektroanalytische Methoden. 1915.
GRIMSEHL-TOMASCHEK: Lehrbuch der Physik. 1940.
KÖRNER: Lehrbuch der Physik. 1921.
HEYROVSKY: Polarographie. 1941.
Druckschriften der Firmen: Heraeus-Vakuumschmelze A. G., Hanau. 1940; E. Leybolds Nachfolger, Köln-Bayental.

33. p_{H} -Messung.

1. Begriff des p_{H} -Wertes. Zweck der p_{H} -Messung ist es, zu bestimmen, in welcher Konzentration sich in einer Lösung Wasserstoffionen befinden.

Wasserstoffionen sind in allen wäßrigen Lösungen vorhanden. Sie entstehen durch Dissoziation (Aufspaltung) von Wassermolekülen (welche aus Wasserstoff- und Sauerstoffatomen aufgebaut sind). Es ist jedoch nur ein geringer Bruchteil der Wassermoleküle in Ionen (H-Ionen und OH-Ionen) aufgespalten.

In einem Liter reinen neutralen Wassers ist die Konzentration an H-Ionen stets die gleiche. Sie nimmt in sauren Lösungen zu, da Säuren auf Grund ihres chemischen Aufbaues mindestens ein Wasserstoffatom aufweisen. Die starken Säuren (Mineralsäuren, wie H_2SO_4 , HCl) spalten im Gegensatz zu den schwachen Säuren (Essigsäure, Milchsäure) besonders viele H-Ionen ab.

Demgegenüber werden von den Laugen (Basen) H-Ionen gebunden. In alkalischer Lösung wird daher die Konzentration an H-Ionen geringer sein als in Wasser. Salze (z. B. Natriumchlorid), welche durch Neutralisation von Säuren in Basen entstanden sind, beeinflussen im allgemeinen die Wasserstoffionenkonzentration einer Lösung weniger. Es gibt aber auch Salze, die beispielsweise aus starken Säuren und schwachen Basen gebildet sind (oder umgekehrt). Diese nähern sich in ihrem Verhalten den Säuren (bzw. Basen) und beeinflussen die Wasserstoffionenkonzentration in der einen oder anderen Richtung. Die Konzentration an H-Ionen ist somit ein Maß für den sauren oder alkalischen Charakter einer Lösung.

Wie bereits oben erwähnt, ist nur ein geringer Teil der Wassermoleküle im reinen Wasser aufgespalten in die elektrisch positiv geladenen H-Ionen (H^+) und die negativ geladenen OH-Ionen (OH^-). Der Zerfall findet nach folgender Gleichung statt:



wobei die doppelte Pfeilrichtung andeutet, daß diese Reaktion auch in umgekehrtem Sinn (also nach beiden Richtungen) vor sich gehen kann.

Die Konzentration an Ionen wird durch eine eckige Klammer $[\text{H}^+]$ gekennzeichnet.

Die Größe des Produkts $[\text{H}^+] \cdot [\text{OH}^-]$ bleibt konstant und beträgt $1 \cdot 10^{-14}$. Da aus einem dissoziierten Molekül Wasser ein H-Ion und ein OH-Ion gebildet ist, müssen die H-Ionen und OH-Ionen in gleicher Konzentration vorhanden sein, und zwar je 10^{-7} Mol pro Liter (in 1 l Wasser sind $10^{-7} = \frac{1}{10000000}$ g Wasserstoffionen enthalten).

Eine solche Lösung reagiert neutral. Der angegebene Wert ändert sich etwas mit der Temperatur und gilt für 22° .

An Stelle dieser unbequemen Ausdrucksweise wurde der p_{H} -Wert eingeführt. Er ist gleich dem negativen Logarithmus der Wasserstoffionenkonzentration, d. i. für den obigen Fall $+7$. Die p_{H} -Skala umfaßt demnach 14 Einheiten, und zwar besitzen Lösungen mit sehr hoher Wasserstoffionenkonzentration (stark saure Lösungen) einen p_{H} -Wert zwischen 0 und 3, schwachsaure Lösungen zwischen 4 und 6. Der p_{H} -Wert für neutrale Lösungen ist 7, für alkalische Lösungen liegt er zwischen 7 und 14. Es entspricht also einem niedrigen p_{H} -Wert eine hohe Säurekonzentration! (Siehe auch S. 83.)

2. Messung des p_{H} -Wertes. a) Elektrometrische Methode. Prinzip: Vereinigt man eine Bezugsallelektrode (unveränderliches

Potential, z. B. eine sog. gesättigte Kalomelektrode oder die Chinhydronbezugselektrode) mit der p_{H} -abhängigen Meßelektrode (Platin-Wasserstoff-Elektrode, Chinhydron-Elektrode, Glaselektrode) zu einer zweipoligen Elektrodenkette, so muß die Spannung dieser Kette (Potentialdifferenz) je nach dem p_{H} -Wert der Meßlösung einen verschiedenen Wert haben. Man kann also umgekehrt aus der gemessenen Spannung der Kette den p_{H} -Wert der Meßlösung berechnen bzw. auf dem Meßgerät direkt ablesen.

Die Vereinigung der beiden Elektroden zu einer Kette erfolgt in der Weise, daß man die beiden Lösungen, in die genannte Elektroden eintauchen, in stromleitende Berührung bringt, z. B. durch Zwischenschaltung einer gesättigten Kaliumchloridlösung unter Verwendung feinporeser Zwischenwände, welche einerseits eine Vermischung der Lösungen verhindern und andererseits dem elektrischen Strom den Durchgang gestatten.

Als Beispiel der Durchführung einer p_{H} -Messung soll die Verwendung der „Jenaer Glaselektrode“ näher beschrieben werden.

Die Glaselektrode (Abb. 297) besteht aus einer Glasmembran von Tausendstel-Millimeter-Stärke (z. B. eine ganz dünnwandige Glaskugel). Zwei Lösungen von verschiedener H-Ionen-Konzentration, die durch diese Membran getrennt sind, zeigen einen Potentialunterschied, welcher dem p_{H} -Wert proportional ist.

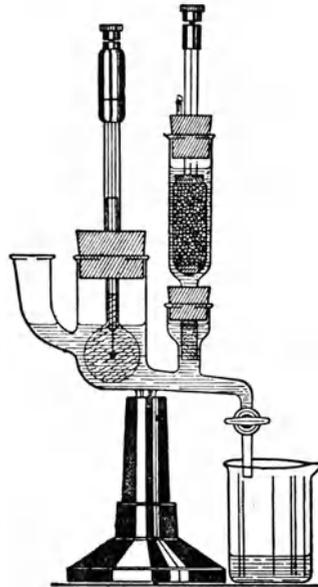


Abb. 297. Jenaer Glaselektrode.

Das Zustandekommen dieses Potentialunterschiedes kann folgendermaßen erklärt werden: In der Glasmembran befinden sich Wassermoleküle, welche unter Quellung der Membran aus den angrenzenden Lösungen aufgenommen werden. Die durch Abspaltung aus den Wassermolekülen entstandenen H-Ionen können sich leichter als alle anderen Ionenarten aus der Oberfläche der Glasmembran herauslösen und in diese hineinbewegen, verleihen daher der Membran die Funktion einer Wasserstoffelektrode. Und zwar beträgt der Potentialunterschied ebenso wie an einer Platin-Wasserstoffelektrode bei einem Unterschied von 1 p_{H} 57,7 mV (bei 18°).

Zur Messung der Potentialdifferenz muß man dieselbe durch geeignete Elektroden ableiten (z. B. durch leitende Verbindung der beiden Lösungen mit Kalomelektroden). Falls die beiden

Ableitungselektroden gegeneinander keinen Potentialunterschied zeigen, tritt an den beiden Drahtableitungen derselben der reine Potentialunterschied der beiden Lösungen in Erscheinung.

Die Glaselektrode wird mit $n/10$ HCl so weit gefüllt, daß die Kugel gerade voll ist. In diese setzt man die Chlorsilberbezugselektrode ein, welche nun in die Lösung eintaucht. Sodann wird die gefüllte Elektrode in den einen Schenkel des Elektrodengefäßes eingesetzt, während der andere Schenkel zur Aufnahme der Kalomelbezugselektrode dient.

Die Einfüllung der Meßlösung in das Elektrodengefäß geschieht bis zum Halsansatz der Kugel, so daß auch der Stift der Kalomel-

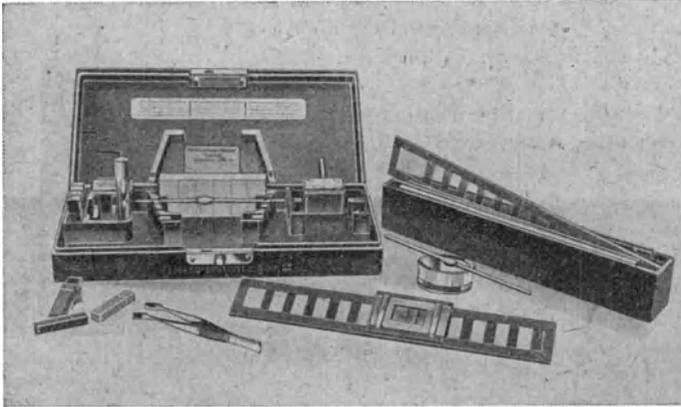


Abb. 298. Foliencolorimeter.

elektrode in die Lösung eintaucht. Bei dieser Anordnung ist bei einem p_{H} -Wert größer als 1,8 die Glaselektrode stets der negative Pol. Nach dem Verbinden der beiden Pole mit dem Meßgerät kann die Ablesung an der p_{H} -Skala erfolgen. Die Temperatur bei der Messung muß 18° betragen, im anderen Falle sind Korrekturen anzubringen. Anwendungsbereich: 1,5 bis 9,5 p_{H} .

b) Colorimetrische Messung. Die Färbung eines Indikators ist, wie bereits auf S. 84 erwähnt, ein Maßstab für den p_{H} -Wert einer Lösung. Da die als Indikatoren zugesetzten Farbstoffe in Lösungen von verschiedenem p_{H} -Wert verschiedene Färbungen annehmen, kann daher umgekehrt auf Grund der (nach Zugabe des Indikators erhaltenen) Färbung einer Lösung auf ihren p_{H} -Wert geschlossen werden.

α) Messung des p_H -Wertes mit Hilfe des *Foliencolorimeters* nach WULFF (Abb. 298), dem eine universelle Anwendbarkeit zukommt.

Die mit dem Indikatorfarbstoff getränkten Cellulosestreifen werden 1 bis 2 Minuten in die zu messende Lösung getaucht, wo sie unter Quellung Wasser und die in der Lösung enthaltenen Ionen aufnehmen. Die entstandene Färbung wird mit einer Vergleichsskala verglichen, welche aus einer Reihe lichtecht gefärbter Plättchen besteht und die Farbtöne im Abstand von $0,2 p_H$ enthält.

β) Bei dem *lichtelektrischen Colorimeter* (Abb. 299) befinden sich zwei Photozellen in einer Brückenschaltung, deren Gleichgewicht durch ein Potentiometer eingestellt und durch ein Galvanometer kontrolliert wird.

Vor den beiden Zellen sind zwei Glasröhren mit der Vergleichs- bzw. Meßlösung unter Indikatorzusatz angeordnet. Die Strahlen der gemeinsamen Lichtquelle passieren diese beiden Gefäße und fallen auf die Photozellen. Ändert sich in der mit Meßlösung gefüllten Glasröhre der p_H -Wert (und damit der Farbton des Indikators), so findet eine andere Absorption des Lichtes statt, es ändert sich damit die Stärke des Stromes der dahintergeschalteten Photozelle und das Galvanometer zeigt einen Ausschlag.

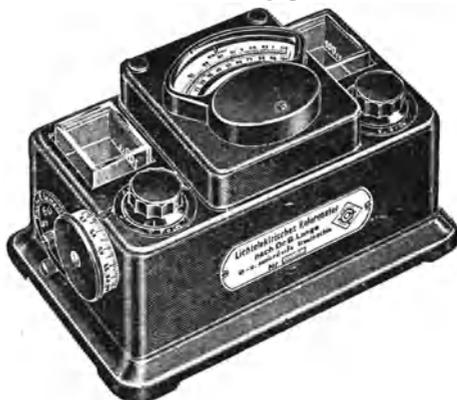


Abb. 299. Lichtelektrisches Colorimeter.

Benutzte Literatur:

- KORDATZKI: Taschenbuch der p_H -Messung, 3. Aufl., 1938.
 LEHMANN: Die Wasserstoffionen-Messung, 1928.
 Druckschriften der Firmen: F. & M. Lautenschläger, München;
 Schott & Gen., Jena.

34. Colorimetrie.

Die Colorimetrie beschäftigt sich mit der Messung der Stärke von Färbungen zur Ermittlung der Konzentration von Lösungen. Es handelt sich dabei um die analytische Bestimmung kleiner Mengen eines Stoffes (z. B. Ammoniak im Wasser), der durch

Zusatz eines Reagens eine charakteristische Farbe gibt, die mit einer Vergleichslösung verglichen wird.

1. Mit einfachen Maßzylindern. Bedingung ist die Gleichheit der verwendeten Maßzylinder, insbesondere in bezug auf Färbung des Glases und Durchmesser. Die nach der Analysenvorschrift bereitete Lösung wird mit der angegebenen Menge (beispielsweise 2 ccm) der Reagenzlösung versetzt und die entstehende Färbung (durch Betrachten der gleich hoch stehenden Lösungen von oben) mit den Färbungen verglichen, die man durch Zugabe derselben Reagenzmenge zu verschiedenen

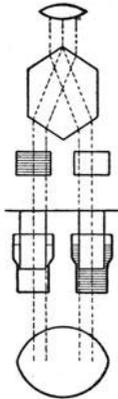


Abb. 300. Colorimeter.
(Schema.)

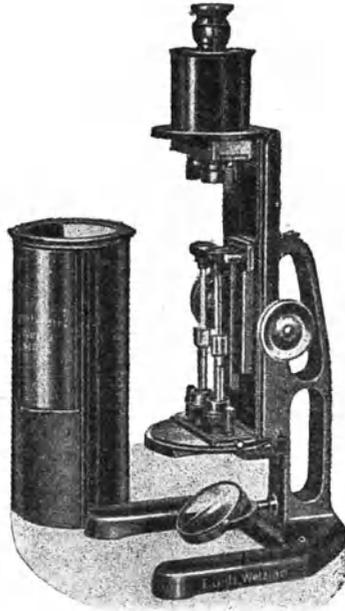


Abb. 301. Ansicht des Colorimeters
nach BÜRKER.

Lösungen mit bekanntem, abgestuftem Gehalt erhält. Bei gleicher Färbung und Farbtiefe ist in der Probenlösung ebensoviel des Stoffes enthalten wie in der Vergleichslösung.

Trübe Lösungen müssen filtriert werden, dann ist es aber nötig, auch die Vergleichslösung durch ein Filter gleicher Art zu filtrieren.

2. Mit optischen Instrumenten. Diese Messungen beruhen auf dem BEERSchen Gesetz, wonach

$$s_1 \cdot c_1 = s_2 \cdot c_2.$$

s_1 Schichtdicke der bekannten Lösung,
 s_2 „ „ „ Probenlösung,
 c_1 Konzentration der bekannten Lösung und
 c_2 „ „ „ Probenlösung.

Daraus ergibt sich

$$c_2 = \frac{s_1 \cdot c_1}{s_2}.$$

Die Colorimeter müssen daher eine Einrichtung zur Veränderung der Schichtdicke besitzen (Abb. 300 und 301).

Der Apparat besteht aus zwei Zylindern, die mit der Probenlösung und der Vergleichslösung gefüllt werden.

Die Veränderung der Schichtdicke wird durch auf- und abschraubbare Tauchzylinder erreicht.

Die austretenden Lichtstrahlen werden in einem Okular vereinigt. Das beobachtende Auge erblickt dann einen durch eine schmale Trennungslinie in zwei Hälften geteilten Kreis, so daß ein Vergleich von Farbe und Intensität leicht angestellt werden kann. Ist Gleichheit erreicht, wird die Konzentration der Versuchslösung nach obiger Formel berechnet.

Benutzte Literatur:

HOUBEN: Methoden der organischen Chemie. 1925.

BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.

TREADWELL: Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie. 1939.
Chemiker-Taschenbuch, 60. Aufl. 1937.

35. Optische Instrumente.

A. Allgemeines.

Das Licht eines leuchtenden Körpers verbreitet sich durch *Strahlung*, und zwar pflanzen sich die Lichtstrahlen innerhalb desselben Mittels nach allen Seiten geradlinig fort.

Von glatten, undurchsichtigen Flächen (Spiegel) werden die Lichtstrahlen zurückgeworfen (*reflektiert*). Dabei ist der vom einfallenden Strahl *EP* (siehe Abb. 302) und dem Einfallslot *LP* gebildete Einfallswinkel α gleich dem vom Einfallslot *LP* und dem reflektierten Strahl *RP* gebildeten Reflexionswinkel β .

Tritt ein Lichtstrahl aus einem durchsichtigen Mittel, z. B. aus Luft, in ein anderes (z. B. Glas, Wasser), in welchem das Licht eine andere Fortpflanzungsgeschwindigkeit hat, so wird bei schiefem Auffallen die Richtung des Lichtstrahles geändert, er wird *gebrochen*.

Tritt der einfallende Strahl aus Luft (optisch dünneres Medium mit großer Fortpflanzungsgeschwindigkeit des Lichtes) in ein optisch dichteres Medium, z. B. Glas, so wird der Strahl zum Einfallslot gebrochen. Beim Übergang aus einem optisch dichteren in ein

optisch dünneres Medium tritt Brechung vom Einfallslot ein (Abb. 303). Und zwar verhält sich der Sinus des Einfallswinkels α zum Sinus des Brechungswinkels β wie die Fortpflanzungsgeschwindigkeit im ersten Mittel zu der im zweiten. Dieses Verhältnis heißt das Brechungsverhältnis oder der *Brechungsindex* n .

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

(so ist z. B. n für den Übergang aus Luft in Wasser = 1,333).

Diese Brechungsgesetze haben nur Gültigkeit, wenn der Lichtstrahl innerhalb bestimmter Winkel auf die

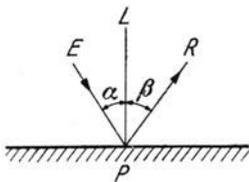


Abb. 302. Reflexion des Lichtes.

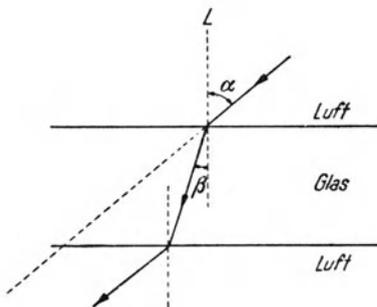


Abb. 303. Brechung des Lichtes.

trennende Fläche fällt. So tritt beispielsweise beim Auffallen eines Lichtstrahles auf ein optisch dünneres Mittel (aus Wasser in Luft) bei zu großem Einfallswinkel gar kein Licht mehr in dieses über, der Lichtstrahl wird an dem optisch dünneren Mittel *total reflektiert*.

Der Einfallswinkel, dessen Überschreitung beim Auffallen eines Lichtstrahles auf ein optisch dünneres Mittel schon totale Reflexion

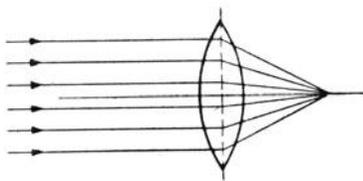


Abb. 304. Sammellinse.

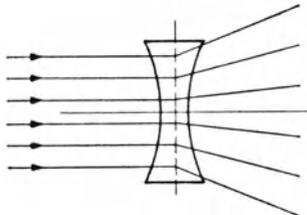


Abb. 305. Zerstreuungslinse.

ergibt, heißt der Grenzwinkel der totalen Reflexion. (Er beträgt für Wasser gegen Luft $48^\circ 36'$, für Glas gegen Luft 42°). Da in diesem Falle alles Licht zurückgeworfen wird (wie dies bei der Spiegelung der Fall ist), so tritt ein lebhafter Glanz auf.

Linsen sind durchsichtige Körper, die von Kugelflächen begrenzt sind. Wir unterscheiden Konvex- oder Sammellinsen (Abb. 304) und Konkav- oder Zerstreuungslinsen (Abb. 305). Bei den Sammellinsen werden die parallel einfallenden Strahlen gebrochen und ver-

einigen sich in einem Punkt, dem Brennpunkt. Die Entfernung des Brennpunktes von der Linsenmitte nennt man Brennweite. Bei den Zerstreuungslinsen werden die achsenparallel einfallenden Strahlen so gebrochen, daß sie auseinandergehen.

Befindet sich ein Gegenstand innerhalb der Brennweite einer Sammellinse, so wird von ihm ein vergrößertes Bild erzeugt (Abb. 306).

Der Brennstrahl 1, der vom Brennpunkt F ausgeht, wird beim Durchgang durch die Linse zum Parallelstrahl I , während der Parallelstrahl 2 zum Brennstrahl II wird. Die beiden Strahlen I und II schneiden sich nicht, es entsteht daher kein wirkliches Bild. Da aber die Strahlen I und II ins Auge gelangen, haben wir die Empfindung, daß beide Strahlen ihren Ursprung im Punkt S haben, und sehen daher ein aufrechtes, vergrößertes Bild B des Gegenstandes G (Prinzip der Lupe).

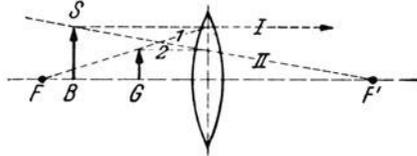


Abb. 306. Vergrößerung einer Sammellinse.

B. Optische Instrumente.

Die *Behandlung* optischer Instrumente muß mit der größten Sorgfalt geschehen. In unbenutztem Zustand müssen sie in ihrem Behälter aufbewahrt werden.

1. Lupe. Die Lupe (Vergrößerungsglas) dient zur Beobachtung kleiner Gegenstände. Sie besteht aus einer oder mehreren Sammellinsen von kleiner Brennweite. Die Vergrößerung der Lupe ist um so größer, je kleiner die Brennweite der Lupe ist. Sie ist annähernd gleich dem Verhältnis der deutlichen Sehweite (für das normale Auge 250 mm) zur Linsenbrennweite.

Eine Lupe von einer Brennweite 50 mm vergrößert also $250 : 50$, d. i. fünfmal (Flächenvergrößerung).

2. Mikroskop (Abb. 307). Am Tubus, einem Messingrohr, befinden sich in bestimmtem Abstand voneinander zwei einfache oder zusammengesetzte Sammellinsen. Die dem Auge zugewandte, obere, heißt Okular, die dem Gegenstand zugewandte, untere, Objektiv. Durch das Objektiv wird von dem auf dem Objektisch (auf

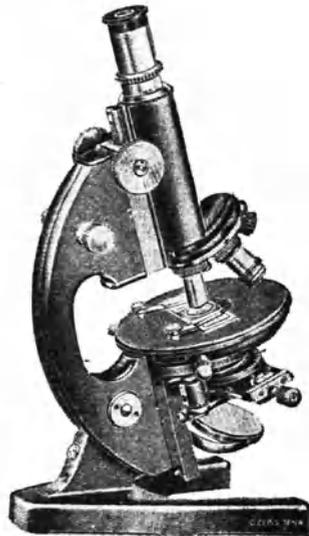


Abb. 307. Mikroskop.

einem gläsernen Objektträger, bedeckt durch ein dünnes Deckgläschen) liegenden Gegenstand ein umgekehrtes, vergrößertes Bild erzeugt, das durch das Okular betrachtet wird. Das Okular wirkt als Lupe, vergrößert also das Bild nochmals.

Die Beleuchtungsvorrichtung ist ein drehbarer Spiegel, durch den Tageslicht oder künstliches Licht auf den Gegenstand geworfen wird. Die Stärke dieser Beleuchtung kann durch eine Blende reguliert werden. Zur genauen Einstellung des Gegenstandes wird der Abstand zwischen Tubus und Objektisch

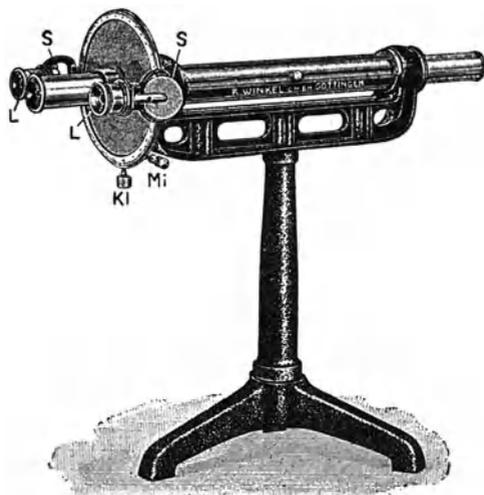


Abb. 308. Polarisationsapparat nach MITSCHERLICH.
KI Klemmschraube, Mi Feinstellschraube, S Spiegel zur Beleuchtung der Kreisteilung,
L Lupen.

anfangs durch eine grobe, später durch eine feine Schraube geändert, bis das Bild scharf erscheint.

3. Polarisationsapparat. Gewöhnliches Licht schwingt nach allen Richtungen, während „polarisiertes“ Licht nur in einer Ebene schwingt. Erzeugt wird solches polarisiertes Licht durch Doppelbrechung (Hindurchgehen des gewöhnlichen Lichtes durch bestimmte Kristalle, wodurch das Licht in zwei Strahlen zerlegt wird, deren Schwingungsebenen zueinander normal stehen). Verwendet werden sog. NICOLSche Prismen, das sind Kalkspatkristalle, die diagonal auseinandergeschnitten und mit Kanadabalsam wieder zusammengeklebt sind. Der eine der beiden Strahlen wird vollständig reflektiert, während der andere hindurchgeht.

Die Ebene dieses geradlinig schwingenden, also polarisierten Lichtes wird nun von bestimmten Substanzen gedreht. Aus der Größe dieser Drehung kann auf die Menge des vorhandenen Stoffes geschlossen werden.

Apparate, die derartige Messungen gestatten, nennt man Polarisationsapparate oder Polarimeter.

a) Der Polarisationsapparat nach MITSCHERLICH (Abb. 308 u. 309) besteht aus dem Polarisationsrohr R für die Untersuchungslösung, links davon befindet sich die Polarisations-einrichtung, die sich zusammensetzt aus der Eintrittsöffnung A , der Sammellinse K , dem Polarisator N_1 , einem kleinen Nicol N_2 und der Blende B . Rechts vom Polarisationsrohr liegt die Blende A' ,

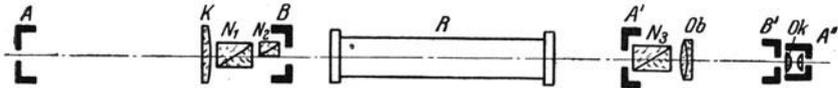


Abb. 309. Polarisationsapparat nach MITSCHERLICH (Schema).

der Analysator N_3 und das Fernrohr $Ob—B'—Ok—A''$. Als Lichtquelle wird eine Gas-Natrium-Lampe verwendet.

Durch den kleinen Nicol N_2 wird das Gesichtsfeld halbiert. Der Analysator, der mit einem Teilkreis verbunden ist, wird so lange gedreht, bis die beiden Gesichtsfeldhälften gleich beschattet erscheinen („Halbschattenapparat“).

Gemessen wird die Drehung der Polarisations-ebene bei eingesetzter Untersuchungsflüssigkeit gegenüber der Stellung des leeren Apparats.

Die Ablesung erfolgt auf dem Teilkreis, der mit einem Nonius ausgestattet ist.

Ablesung des Nonius (Abb. 310): Der Nullpunkt des Nonius steht z. B. in unserer Abbildung zwischen 3 und 4. Man sucht die beiden zusammenfallenden Teilstriche von Nonius und Maßstab und findet in unserer Abbildung den dritten Teilstrich, folglich $3,3^\circ$ (10 Teilstriche des Nonius entsprechen 9 Teilen des Hauptmaßstabes).

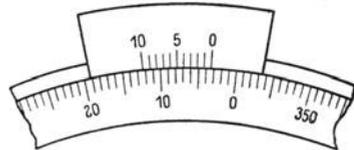


Abb. 310. Noniusablesung.

b) Bei den Polarimetern mit Quarzkeil wird die durch die Substanz verursachte Drehung der Polarisations-ebene durch die Einfügung einer Quarzschicht von meßbarer, veränderlicher Dicke (ein Paar gleicher Quarzkeile), die eine entgegengesetzte Drehung der Polarisations-ebene hervorruft, zunichte gemacht. Diese Apparate werden hauptsächlich zur Bestimmung des Zucker-gehaltes von Flüssigkeiten verwendet.

Wenn der Apparat mit eingeschobenem Quarzkeil und ohne Zuckerlösung in der Skala auf den Nullpunkt gestellt ist, so er-

scheinen beim Durchblicken durch das Fernrohr die beiden Hälften des Gesichtsfeldes in Farbgleichheit, und zwar blaßblauviolett.

Der Hundertpunkt der Skala entspricht einem Drehvermögen einer Zuckerlösung vom spez. Gew. 1,1 und 26 g reinstem Zucker in 100 ccm dest. Wasser, welche bei $17,5^\circ$ in eine 200 mm lange Röhre (ohne Luftblasen) eingefüllt und in den Apparat eingelegt wird. Der bewegliche Keil müßte bis zum Hundertpunkt verschoben werden, damit die Farbgleichheit des Gesichtsfeldes wieder eintritt.

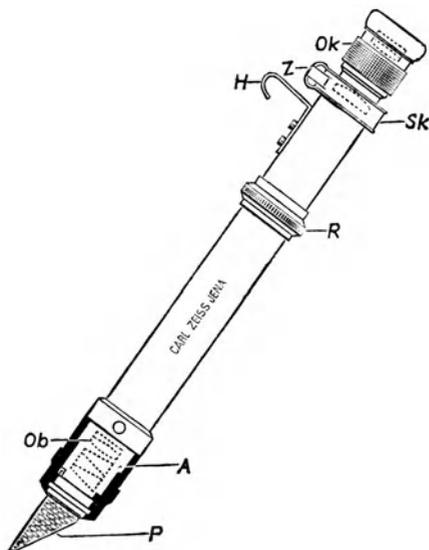


Abb. 311. Eintauchrefraktometer.

4. Refraktometer. Aus dem Brechungsindex kann auf die Reinheit der betreffenden Flüssigkeit oder bei Lösungen auf die Konzentration derselben geschlossen werden. Die Bestimmung des Brechungsindex n_D erfolgt mit Hilfe des Refraktometers. Die Methode dient zur quantitativen Bestimmung von Säuren, Basen, Salzen (Fettbestimmungen in Milch, Unterscheidung von Ölsorten, Ermittlung des Alkoholgehaltes im Bier, Eiweißbestimmungen usw.).

a) Die Abb. 311 zeigt das *Eintauchrefraktometer* der Firma Zeiß, Jena. Die Messung mit dem Instrument beruht auf der Beobachtung der Grenzlinie der Totalreflexion.

In ein Becherglas, welches die Untersuchungsflüssigkeit enthält, taucht das Prisma P ein. Das Licht wird mit Hilfe eines Spiegels auf die Meßfläche geworfen. Die an der Grenzfläche des Prismas gebrochenen Strahlen gelangen in den Tubus eines Fernrohres (Kompensator A und Objektiv Ob). Das in der Skala Sk entstandene Bild wird mit Hilfe des Okulars Ok betrachtet, und zwar erscheint das Gesichtsfeld in zwei verschiedenen helle Felder geteilt. Die Trennungslinie der beiden Felder ist die Grenzlinie der Totalreflexion. Der an der Trennungslinie gegebenenfalls erscheinende bunte Saum kann mit dem Kompensator A (durch Drehen am Ring R) zum Verschwinden gebracht werden. Mit Hilfe der Mikrometerschraube Z können Zehntelskalenteile abgelesen werden. Zur Umrechnung der Skalenteile in den Brechungsindex n_D dienen dem Apparat beigegebene Tabellen.

b) Das *ABBE-Refraktometer* mit heizbaren Prismen (Abb. 312). Das auf dem Spiegel 6 auffallende Licht wird in das Doppelprisma 2—1 geworfen und gelangt von hier in das Fernrohr 4 (bei stark gefärbten Proben ist diese Messung im durchfallenden Licht undurchführbar, es wird dann der Deckel des Prismas abgenommen, so daß das Licht unmittelbar in das Meßprisma 1 fällt). Zur Beobachtung der Grenzlinie der Totalreflexion dient das Fernrohr 4 (Beseitigung des farbigen Saumes durch den Kompensator 7), welches fest mit dem Sektor 5 verbunden ist, auf

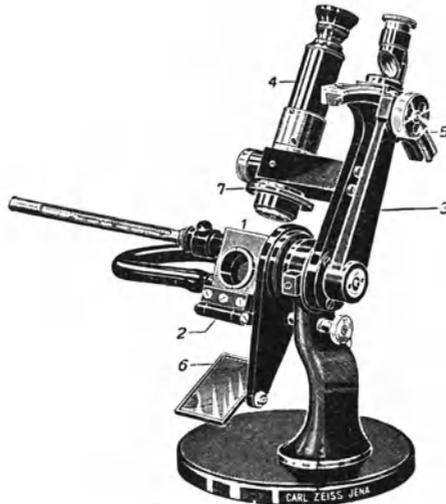


Abb. 312. *ABBE-Refraktometer*.

dem die Teilung nach Brechungsindizes angebracht ist. Durch Drehen am Triebknopf 5 wird die farblose Grenzlinie auf den Schnittpunkt des Fadenkreuzes eingestellt.

Da sich der Brechungsindex von Flüssigkeiten mit der Temperatur ändert, sind die Prismenfassungen zum Durchleiten eines Wasserstromes eingerichtet, bzw. kann das Instrument mit einem Thermostaten ausgestattet werden.

5. Interferometer. Während bei Messungen mit dem Refraktometer der Brechungsindex selbst festgestellt wird, bestimmt man mit dem Interferometer den Unterschied in der Lichtbrechung der zu untersuchenden Flüssigkeiten oder Gase gegen Vergleichssubstanzen. (Unter *Interferenz* versteht man die Erscheinung, daß in einem Raumpunkt gleichzeitig mehrere Wellen, z. B. Lichtwellen, zusammentreffen und sich dort verstärken oder abschwächen.)

Interferometer dienen zur Reinheitsprüfung von Gasen, Rauchgasuntersuchungen, Wasseruntersuehungen, Untersuchungen von Lösungsgemischen, Blut usw.

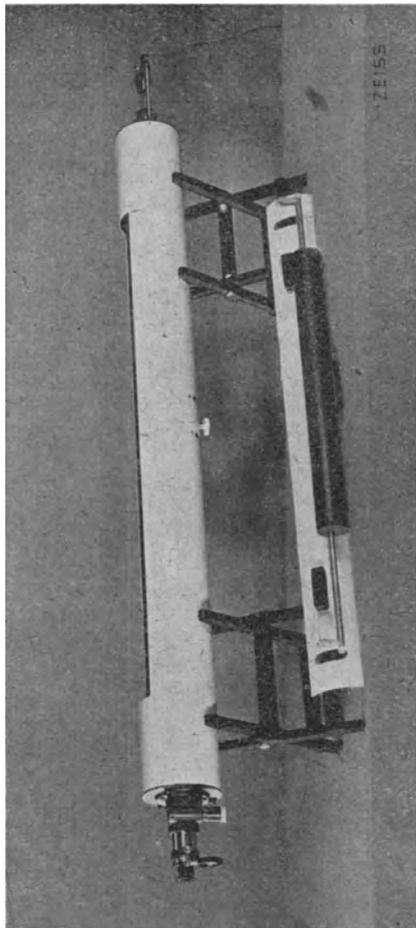


Abb. 313. Ansicht des Laboratorium-Interferometers.

In folgendem wird die Einrichtung des Gas-Interferometers, und zwar des Laboratoriums-Interferometers der Firma Carl Zeiß, Jena, kurz beschrieben (Abb. 313 und 314).

Das aus dem Kollimator austretende parallele Strahlenbündel des Lichtes wird in drei Teile zerlegt. Während die untere Hälfte durch die Hilfsplatte *H* unverändert in das Fernrohr *F* eintritt,

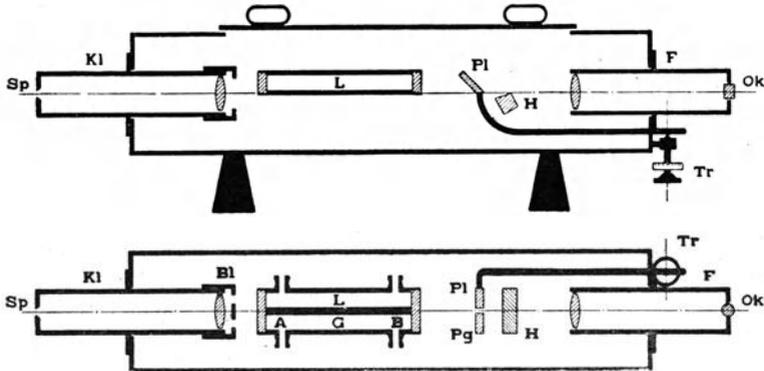


Abb. 314. Schnitt durch das Laboratoriums-Interferometer im Aufriß (oben) und Grundriß (unten).

Sp Spalt, *Kl* Kollimator, *Bl* Blenden, *A* und *B* gemeinsame Fensterplatten für die Gaskammer *G* und die Luftkammer *L*, *Pl* und *Pg* die zu jedem Teil gehörenden Kompensatorplatten, *F* Fernrohr, *H* Hilfsplatte, *Tr* Meßtrommel, *Ok* Okular.

wird die obere Hälfte geteilt und muß den Weg zu einer Hälfte durch die Gaskammer *G*, zur anderen durch die Luftkammer *L* nehmen. Durch den Brechungsunterschied des Gases gegen die Luft wird eine seitliche Verschiebung der im Okular beobachteten Interferenzstreifen bewirkt, die durch den Kompensator *Pl* wieder aufgehoben werden kann. Die Ablesung erfolgt an der Meßtrommel *Tr*. Durch Auswechseln der Gaskammer gegen eine Wasserkammer kann das Instrument auch zur Messung von Flüssigkeiten verwendet werden. Der Kompensator wird

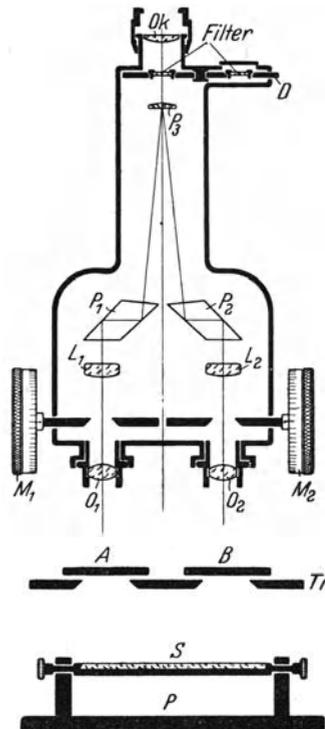


Abb. 315. Schnitt durch das PULFRICH-Photometer (Stufenphotometer).

Ok Okular, *D* Filterrevolver, *P₂* Zwillingprisma, *L₁* und *L₂* Fernrohrobjektive, *O₁* und *O₂* Zusatzlinsen, *M₁* und *M₂* Meßschrauben. Auf dem Tisch *T₁* liegen die zu vergleichenden Plättchen *A* und *B*. *S* Spiegel für durchsichtige Proben.

mit einigen genau bekannten Gasgemischen geeicht (Aufstellung einer Eichkurve oder Eich-tabelle).

6. PULFRICH-Photometer. Das PULFRICH-Photometer (Abb. 315 und 316) eignet sich für alle Bestimmungen, die auf einer photometrischen Messung beruhen, z. B. colorimetrische Analysen (ohne Vergleichslösung), Farbmessungen an Flüssigkeiten und festen Proben, Trübungsmessungen an Suspensionen, Glanzmessungen, Farbmessungen nach der OSTWALDSchen Methode, p_H -Bestimmungen usw.

Das in die beiden Objektive O_1 und O_2 (und Fernrohr-objektive L_1 und L_2) eintretende Licht wird durch die Prismen P_1 und P_2

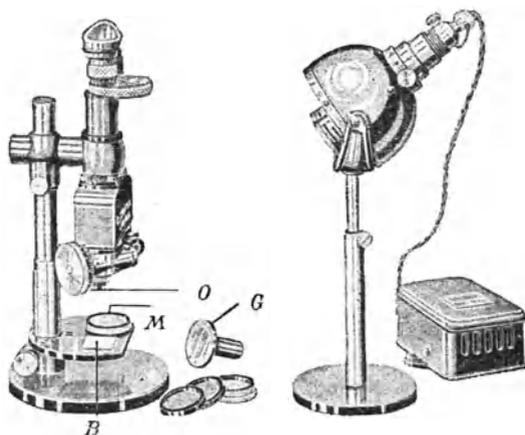


Abb. 316. Ansicht des PULFRICH-Photometers mit Stuf-Lampe.

Auf dem Objektisch befinden sich eine Schale M mit dem zu messenden Farbpulver, dessen Oberfläche mit dem Stempel G geebnet wurde und die Barytweißplatte B .

umgelenkt und im Mittelpunkt der Kante des Zwillingsprismas P_3 vereinigt. Durch das Okular Ok (und Hindurchblicken durch ein Farbfilter) beobachtet man das zweiteilige, kreisförmige Gesichtsfeld, dessen Trennungslinie durch Drehen am Okular scharf eingestellt wird. Unter L_1 und L_2 sind verstellbare Blenden angeordnet, durch welche jedes Halbfeld einzeln nach Wunsch und nach Maß verdunkelt werden kann. Durch Drehen an den bezifferten Meßtrommeln M_1 und M_2 können die Blendenöffnungen verändert werden. Die Helligkeit der beiden Gesichtsfeldhälften ist gleich, wenn auf beide Photometeröffnungen zwei gleich starke Lichtbündel auffallen.

Soll beispielsweise der Farbton der Farbpulverprobe M gemessen und bestimmt werden, schaltet man nach Einstellen der gleich-

mäßigen Beleuchtung der Reihe nach drei bestimmte Farbfilter ein und stellt mit Hilfe der Meßschraube jedesmal auf gleiche Helligkeit der beiden gleichfarbigen Halbfelder ein. Das Ergebnis sind drei Prozentzahlen für Rot, Grün und Blau.

Benutzte Literatur:

BERL-LUNGE: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 8. Aufl. 1931.

WEIGERT: Optische Methoden der Chemie. 1927.

KÖRNER: Lehrbuch der Physik. 1921.

Druckschriften der Firma Carl Zeiß, Jena.

Ergänzung des Kapitels „Arbeiten mit Gasen“ (s. S. 206).

F. Messung strömender Gase.

1. Die Gasuhr (Abb. 317). Eine sich drehende Trommel ist durch die Schaufeln 3 in 4 Kammern geteilt. Das zu messende Gas tritt bei 1 über die Oberfläche der Sperrflüssigkeit ein und füllt die Kammer 2, wodurch letztere in der Sperrflüssigkeit gehoben und weitergedreht wird. Dadurch taucht die Eintrittsöffnung dieser Kammer in die Flüssigkeit und wird abgesperrt, während die nächste Kammer zur Füllung gelangt. Das Gas wird nun aus der bereits gefüllten Kammer durch die Austrittsöffnung 4 gedrängt und verläßt die Gasuhr bei 5. Die Umdrehungen der Trommel werden auf einen Zeiger übertragen, der auf einer Skala die durchgeströmte Gasmenge anzeigt. Der Flüssigkeitsstand der Gasuhr muß auf genaue Höhe eingestellt und die Gasuhr genau horizontal gestellt sein.

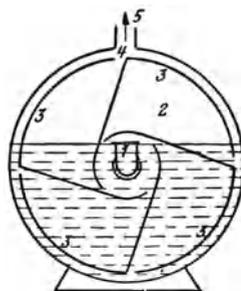


Abb. 317. Gasuhr.

2. Der Strömungsmesser (Abb. 318). Der Strömungsmesser besteht aus einem U-Rohr-Manometer, dessen offene Enden durch eine Kapillare verbunden sind. Das durchströmende Gas nimmt seinen Weg durch diese Kapillare, wodurch vor ihr ein Staudruck entsteht, der bewirkt, daß sich die Manometerflüssigkeit auf eine gewisse Höhe einstellt. Der Abstand der beiden Flüssigkeitskuppen, der um so größer ist, je größer die durchströmende Gasmenge ist, wird gemessen. Der Strömungsmesser zeigt mithin nur die im Augenblick des Ablesens durchströmende Gas-

menge an. Um die Gesamtgasmenge zu messen, ist Bedingung, daß der Gasstrom gleichmäßig gehalten wird. Durch Eichung muß festgestellt werden, wieviel ml Gas bei einem bestimmten Kuppenabstand in der Minute durchströmen (Anfertigen einer Eichkurve).

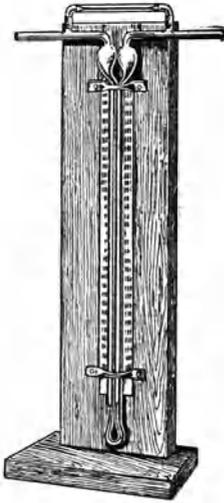


Abb. 318. Strömungsmesser.

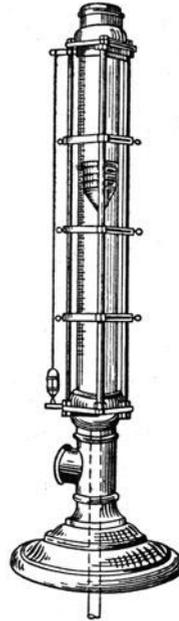


Abb. 319. Rotamesser.

3. Der Rotamesser. (Abb. 319). Auch dieses Gerät zeigt nur die im Augenblick des Ablesens durchgehende Gasmenge an. Der Rotamesser besteht aus einem sich nach oben erweiternden Glasrohr, in dem ein Schwimmer durch das unten einströmende Gas mehr oder weniger gehoben wird. Abgelesen wird am oberen Rand des Schwimmers, welcher sich infolge angebrachter Einkerbungen in rasche Drehung versetzt, wodurch eine Berührung der Glaswand verhindert wird. Durch das verschiedene spezifische Gewicht der Gase wird der Schwimmer verschieden hoch gehoben, so daß die Eichung des Gerätes, welches völlig ohne Sperrflüssigkeit arbeitet, nur für ein bestimmtes Gas Geltung besitzt.

Sachverzeichnis.

- ABBE-Refraktometer 265.
Abdampfen 166.
Abdampfschale 17.
Abdichten von Glasschliffen 36, 39.
— von Korkstopfen 34.
Abklatschen von Niederschlägen 117.
Abkneipen von Glasröhren 26.
Ablesen von Aräometern 223.
— von Büretten 79.
— von Thermometern 152.
Ablesungsblatt nach FRESSENIUS 80.
Abmessen von Flüssigkeiten 72.
Abpressen 119.
Abrauchen von Niederschlägen 127.
Abrunden von Glasstäben und Röhrenden 25.
Absaugen 109.
— großer Substanzmengen 118.
— kleiner Substanzmengen 118.
Abschleudern 120.
Absoluter Nullpunkt 150.
Absolute Temperatur 150.
Absorbieren von Gasen 200.
Absorptionsgefäße 200, 235.
Absorptionsmittel für Gase 201.
Absprengen von Glasröhren 24.
Abtropfbrett 11, 14.
Abzug 11.
Aceton 92.
Acetonlack 34.
Achatreibschale 48.
Adsorptionsmittel zur Entfärbung 185.
Aggregatzustände der Stoffe 45.
Akkumulator 240.
Alkoholometer 224.
Alkoholthermometer 155.
ALLIHScher Kühler 146.
Ammoniak 4, 197, 200.
Amorphe Körper 46, 184.
Ampere 237.
Amperemeter 238.
Analysestrichter 106.
Analytische Waage 59.
Aneinanderschmelzen von Glasröhren 29.
Aneroidbarometer 209.
Ankleben von Etiketten 45.
Anode 249.
Anordnung einer Destillation 170.
— einer Elektrolyse 250.
Antriebsvorrichtungen für Rührer 51.
Apiezonfett 36.
Apiezonwachs 43.
Apothekerwaage 59.
Aräometer 222.
Arbeiten mit dem elektrischen Strom 237.
— mit Gasen 189.
— unter Luftabschluß 207.
— unter Vakuum oder Druck 2.
Arbeitstische 12.
Archimedisches Prinzip 219.
Arretierung der analytischen Waage 61.
Arsen und Arsenverbindungen 4.
Asbest 19, 35.
— als Filtermaterial 100.
Asbeststopfen 35.
Askarit 235.
Aspirator 218.
Atemschutzgeräte 8.
Äther 5, 92, 142.
Äthylalkohol 92, 142.
Atmosphäre 208.
Atom 45.
Ätzende Substanzen 1.
Ätzen von Glas 41.
Ätztinte 41.

- Aufbewahren von Gasen 189, 218.
 — von Gummischläuchen 35.
 — von Reagenzien 11, 43.
 Aufblasen von Glaskugeln 28.
 Auflösen auf chemischem Wege 121.
 — erstarrter Schmelzen 122.
 Aufschließen 122.
 Auftrieb 219.
 Ausdehnungskoeffizient 149.
 Auskochen 180.
 Aussalzen 187.
 Ausschütteln 180, 182.
 Außenkühlung 145.
 Auswaschen von Kristallen 187.
 — von Niederschlägen 124.
 Auswechselbares Sieb 53.
 Ausweiten 22.
 Ausziehen von Glasröhren 27.
 Autoklav 213.
 Azotometer 193.
- BABO**-Blech 138.
 Badflüssigkeiten 141, 164.
 Ballonkipper 86.
 Barometer 208.
 Bau eines elektrischen Ofens 248.
BAUMÉ-Spindel 222.
 Baumwollfilter 100.
 Becherglas 15.
BECKMANN-Thermometer 154.
BEERSches Gesetz 258.
 Benzin 5, 92.
 Benzinbrenner 143.
 Benzol 5, 92.
 Berechnung der Drahtwicklung eines elektrischen Ofens 245.
 — des Heizwertes 232.
 Bestimmung der Löslichkeit 96.
 Beuteln 54.
 Biegen von Glasröhren 26.
 Biegerohr 23.
 Bifilare Wicklung 247.
 Birnbarometer 208.
 Blasebalg 20.
 Blasenähler 198.
 Blaserohr 23.
 Blausäure 5.
 Blei 5, 19.
 — als Metallbadfüllung 143.
 Bleiakкумуляtor 240.
 Bleicherde 185.
 Bleipapier 86.
 Bohren von Glas 42.
- Bohren von Gummistopfen 35.
 — von Kork 33.
 Bombenröhren 212.
BORDASche Tarawägung 57.
 Brauseflamme 23.
 Brechungsindex 260, 264.
 Brennpunkt 160.
 Brom 5, 6.
 Bronze 19.
BÜCHNER-Trichter 112.
 Buna 19.
BUNSEN-Brenner 135.
 — für verschiedene Heizgase 137.
BUNSEN-Ventil 31, 40.
BUNTE-Bürette 203.
 Bürette 78.
 — mit automatischer Füllvorrichtung 80.
 — mit automatischer Nullpunkteinstellung 81.
 Bürettengestell 15.
 Bürettenklammer 14.
 Bürettenschwimmer 79.
 Bürettenverschlüsse 78.
- Chemische Stoffe mit gefährlichen Eigenschaften 4.
 Chlor 6, 197, 200.
 Chlorwasserstoff 197, 200.
 Chromgelatine 34.
 Chromschwefelsäure 32.
CLAISEN-Kolben 173.
 Colorimeter, lichtelektrisches 257.
 Colorimetrie 257.
- Dampfbad 140.
 Dampfdichte 224.
 Dampfdruck 175.
 Dampfdruckthermometer 155.
 Dampfwickler 141.
 Dampfvalzentrockner 132.
DANIELL-Element 239.
 Dekantieren 97.
 Dekantiergefäß 98.
 Destillationsvorlagen für die Vakuumdestillation 173.
 Destillieren 47, 168.
 Destillierkolben 169.
 — für die Vakuumdestillation 172.
 Destilliertes Wasser 13.
DEWAR-Gefäß 144, 194.
 Dezimalwaage 58.
 Diamantmörser 48.

- Dichte 219.
 — des destillierten Wassers 221.
 Dichtungsmittel für Glasschliffe 36.
 Differenzwägung 71.
 Digerieren 105, 180.
 Dimethylsulfat 6.
 Doppelte Fällung 127.
 Doppelwägung nach GAUSS 57.
 Drahtnetz 13, 138.
 Drahtnetzkatode 249.
 Drehspulensinstrument 238.
 Dreifuß 13.
 Dreikantfeile 22.
 Dreiweghahn 39.
 Druck 208.
 Druckflasche 190, 213.
 Druckluftgebläse 21.
 Druckmessung 208.
 Druckminderventil 190.
 Drucknutsche 118.
 Druckverschraubung zur Lockerung festsitzender Hähne 40.
 Eichung des Kalorimeters 231.
 — von Maßkolben 73, 228.
 — von Thermometern 153.
 — von Vollpipetten 229.
 Eindampfen 166.
 Eindampfrichter 167.
 Einhängekühler 145.
 Einheitsschliff 39.
 Einrichtung des chemischen Laboratoriums 11.
 Einschlußthermometer 151.
 Einschmelzen eines Platindrahtes 30.
 Einschmelzröhren 44, 71, 212.
 Einsetzen von Glasröhren in Gummistopfen 35.
 Einstellungszeit des Thermometers 153.
 Eintauchnutsche 115.
 Eintauchrefraktometer 264.
 Eisen 19.
 —, Entrosten u. Konservierung 32.
 Eisenringe 13.
 Eismühle 144.
 Eistrichter 144.
 Elektrische Heizung 243.
 — Meßinstrumente 238.
 — Öfen 243.
 —, Berechnung der Drahtwicklung 245.
 Elektroden 239, 249.
 Elektrolyse 248.
 Elektrolyt 239.
 Elementaranalyse 234.
 Empfindlichkeit der Waage 57, 65.
 Empfindlichkeitskurve 67.
 Emulsion 89, 182.
 ENGLER-Grade 226.
 Entfärben von Lösungen 184.
 Entglasen 23.
 Entnahme von Gasen aus Stahlflaschen 190.
 Entrosten 32.
 Entzündliche Stoffe 2.
 Erhitzen 134.
 ERLENMEYER-Kolben 16.
 Erstarren 46.
 Erstarrungspunkt 161.
 Erste Hilfe bei Verletzungen 3.
 Eutervorlage 173.
 Explosionspipette 205.
 Explosive Stoffe 2.
 Exsiccator 129.
 Extraktion fester Stoffe 180.
 — von Flüssigkeiten 182.
 Extraktionsapparate 180.
 Extraktionshülse 100, 181.
 Extraktionskolben 17.
 Extraktionsmittel 180.
 Faktor einer Normallösung 83, 96.
 Fälen 123.
 Faltenfilter 107.
 FARADAYSches Gesetz 249.
 Faßinhalt 88.
 Federfahne 103.
 Federnde Klammern zur Schiffsicherung 38.
 Fehlerquellen an Quecksilberthermometern 152.
 Feineinstellventil 191.
 Festsitzende Glashähne 40.
 — Schlißverbindungen 38.
 Feuchtigkeit 128.
 Filterbrei 104.
 Filtereinsätze für Gasmasken 9, 10.
 — für GOOCH-Tiegel 100.
 Filtergeräte, Befestigung in der Saugflasche 116.
 Filtergewebe 100.
 Filterhülsen 100.

- Filterhüte 100.
 Filterkarton 99.
 Filterkerze 119.
 Filterkonus 104.
 Filtermaterial 98.
 Filtern 97.
 Filterpresse 119.
 Filtration bei gewöhnlichem
 Druck 101.
 Filtration durch Glasfiltergeräte
 116.
 — durch Überdruck 118.
 — heißer Flüssigkeiten 105.
 —, selbsttätige 108.
 —, umgekehrte 115.
 — unter vermindertem Druck
 109.
 Filtriergefäße 112.
 Filtrierpapier 98.
 Filtrierröhrchen 115.
 Filtrierstativ 103.
 Filtrierstutzen 17.
 Fischschwanzbrenner 22.
 Fixanal 96.
 Fixpunkte des Thermometers 154.
 Flammpunkt 160.
 Flügelrührer 51.
 Flüssigkeitsbäder 141.
 Flüssigkeitsmanometer 210.
 Flüssigkeitspunkt 161.
 Flüssigkeitsthermometer 150.
 Flußsäure 6, 41.
 Foliencolorimeter 257.
 Fraktionieraufsatz 171.
 Fraktionierte Destillation 170.
 — Kristallisation 188.
 — Sublimation 179.
 Frischluftgerät 8.
 Fullererde 185.
 Füllvorrichtungen für Büretten 80.

 Galvanische Elemente 239.
 Gasanalyse 201.
 Gasanzünder 138.
 Gasbehälter mit Niveaugefäß 193.
 Gasbrenner 135.
 Gasbürette 203.
 Gase, Absorbieren 200.
 —, Analysieren 203.
 —, Aufbewahrung 189, 218.
 —, Herstellung 194.
 —, Messen 203.
 —, Waschen und Trocknen 197.
 Gasentwickler nach HONISCH 196.

 Gasentwicklungsapparate 194.
 Gasgesetze 149.
 Gasheizung 134.
 Gaskocher 137.
 Gasleitungen 1.
 Gasmaske 9.
 Gasofen 139.
 Gasometer 192.
 Gaspipette 194.
 Gasthermometer 155.
 Gastransportgefäß 218.
 Gastrockengeräte 197.
 Gasuhr 269.
 Gebläse 20.
 Gebläselampe 20.
 Gefäßbarometer 208.
 Gefrieren 46.
 Gefrierpunktserniedrigung 166.
 Gegenstromprinzip 146.
 Gehärtete Filter 99.
 Gesättigte Lösung 89, 93.
 Gewicht 55.
 Gewichtssatz der analytischen
 Waage 62.
 Giftheber 87.
 Giftige Stoffe 2.
 Glas 18.
 — als Filtermaterial 100.
 Glasblasen 20.
 Glaselektrode 255.
 Glasfiltergeräte 113.
 —, Befestigung in der Saugflasche
 116.
 —, Bezeichnung 113.
 —, Porengröße 114.
 —, Reinigung 115.
 Glasfilternutsche 115.
 Glasfiltertiegel 114.
 Glasflaschen 43.
 Glasgeräte, Umhüllen mit As-
 bestpapier 35.
 Glashähne 39.
 —, Abdichten 39.
 —, Einschleifen 39.
 —, Lockerung 40.
 Glaskugelblasen 28.
 Glaskugelverschluß 40.
 Glasmesser 22.
 Glasplattenrührer 51.
 Glasrohr 23.
 —, Abkneipen 26.
 —, Abrunden 25.
 —, Abschmelzen 25.
 —, Absprengen 24.

- Glasrohr, Aneinanderschmelzen 29.
 —, Ausziehen 27.
 —, Biegen 26.
 —, Öffnen 28.
 —, Rändern 27.
 —, Reinigen 23.
 —, Schneiden 24.
 —, Zuschmelzen 28.
 Glasschliffe 36:
 —, Abdichtung 36.
 —, Lockerung 38.
 —, Sicherung 37, 40.
 Glasstabrührer 51.
 Glaswolle 100.
 Gleicharmige Waage 56.
 Gleichrichter 241.
 Gleichstrom 241.
 Glühen von Niederschlägen 125.
 Glühschiffchen 236.
 Gluttemperaturen 148.
 GOOCH-Tiegel 112.
 Gramm-Molekül 224.
 Gummi 19, 34.
 Gummischläuche 18, 35.
 Gummistopfen, Bohren 35.
 Gummiwischer 103.
 Gußeisen 19.

Hahnfett 36.
 Hahnvorstoß 173.
 Halbschattenpolarimeter 263.
 Halogenkohlenwasserstoffe 6.
 Handfeuerlöschgerät 2, 11.
 Härte des Wassers 91.
 Hebelgesetz 55.
 Heber 86.
HEINTZE-Brenner 136.
 Heißwassertrichter 105.
 Heizgase 134.
 Heizkranz 137.
 Heizvorrichtungen 134.
 Heizwert 230.
HEMPEL-Bürette 204.
 Herausragender Faden des Thermometers 152.
 Herstellung von Gasen 194.
 — von Lösungen 92.
 Hilfsoperationen bei analytischen Arbeiten 121.
 Hintereinanderschaltung 241, 242.
 Hitzdrahtinstrument 238.
 Holz 19.
 Holzklötze 14.
 Holzringe 14.
 Hornschalenwaage 58.
 Hydrat 128.
 Hydrostatische Waage 220.
 Hygroskopische Substanzen 48, 71, 128.

 Impfen einer Lösung 90, 186.
 Indikatoren 83, 256.
 Industrieschnellwaage 65.
 Innenkühlung 145.
 Interferenz 265.
 Interferometer 265.

Jodkalistärkepapier 86.
 Jutefilter 101.

KAHLBAUMScher Fraktionieraufsatz 171.
 — Schliff 37.
 Kaliapparat 235.
 Kalibrieren von Büretten 230.
 Kalorie 148.
 Kalorimeterbombe 230.
 Kältemischungen 144.
 Kammerpresse 119.
 Kapillarrohr 23.
 Kappenflasche 44.
 Kapselpumpe 110.
 Kathode 249.
 Kelchglas 55.
 Kennzeichnung von Filtereinsätzen für Gasmasken 10, 11.
 — von Rohrleitungen 12.
 — von Stahlflaschen 192.
 Kieselgur 185.
KIPPScher Apparat 195.
 Kitten 35, 42.
KJELDAHL-Kolben 17.
 Klammer 13.
 Klären von Flüssigkeiten 185.
 Klemmenspannung 239.
 Klettern von Niederschlägen 124.
 Kochkolben 16.
 Kochpunkt 165.
 Kohlegriesofen 243.
 Kohlendioxyd 6, 197, 200, 201, 205.
 Kohlenoxyd 6, 201, 205.
 Kohensäureschnee 145.
 Kohlenwasserstoffe 201.
 Kolben mit Tubus 17.
 Kollodiumlösung 34.

- Kolloidale Lösung 89.
 Kolloidfilter 9.
 Kondensation von Dämpfen 46,
 145, 169.
 Kondenswasserabscheider 176.
 Kongorot 85.
 Konstantan 157.
 Konzentrierte Lösung 90.
 Koordinatensystem 66.
 Kork 19, 33.
 —, Abdichten 34.
 Korkbohrer 33.
 Korkbohrerschärfer 34.
 Korkbohrmaschine 34.
 Korkpresse 33.
 Korkzange 33.
 Kreuzbrenneraufsatz 136.
 Kristall 46, 187.
 Kristallinische Substanzen 46, 184.
 Kristallisieren 46, 183.
 Kristallformen 188.
 Kristallsysteme 189.
 Kristallwasser 128, 184.
 Kryptolofen 243.
 Kugelkühler 146.
 Kugelmühle 48.
 Kugelrohr 198, 200.
 Kühlen fester Stoffe 144.
 — von Dämpfen 145.
 — von Flüssigkeiten 144.
 Kühler 146.
 Kühlerklammer 13.
 Kupfer 19.
 Kurbelwiderstand 242.
 Kurzschlußofen 243, 245.

 Laboratoriumsbrände 3.
 Laboratoriumseinrichtung 11.
 Laboratoriumsfilterpresse 120.
 Laboratoriumsgeräte 13.
 —, Reinigung 31.
 Laboratoriumssiebe 53.
 Laboratoriumssteinbrecher 47.
 Laboratoriumstisch 12, 44.
 Laboratoriumswaagen 58.
 Lackmus 84, 85.
 Laugen 6.
 LECLANCHÉ-Element 240.
 Legierungen 19.
 Leuchtgas 134.
 Leuchtgasflamme 135.
 Lichtbad 248.
 Lichtbogenofen 245.
 Lichtbrechung 259.
 Lichtstrahlung 259.
 Lichtstrom, Verwendung als
 Stromquelle 241.
 LIEBIG-Kühler 146.
 Linsen 260.
 Liter, MOHR'SCHES 73.
 —, wahres 72.
 Lockerung festsitzender Glas-
 hähne und -schliffe 38, 40.
 — festsitzender Glasstopfen 44.
 Löffel 14.
 Lösen 89.
 — fester Stoffe 92.
 — flüssiger Stoffe 93.
 — von Gasen 200.
 Löslichkeit 89.
 —, Bestimmung 96.
 Löslichkeitskurve 90.
 Lösung 89.
 —, gesättigte 89, 93.
 Lösung, kolloidale 89.
 —, konzentrierte 90.
 —, übersättigte 89.
 —, ungesättigte 89.
 —, verdünnte 90, 93.
 Lösungsmittel 2, 91.
 — für die Umkristallisation
 184.
 Lösungsmittelgemische 187.
 Lösungswärme 90.
 Lötrohr 137.
 Luftbad 139.
 Luftdämpfung der analytischen
 Waage 63.
 Luftdruck 208.
 Luftkühler 145.
 Lupe 261.

 Manometer 210.
 Maschenzahl eines Siebes 54.
 Maßkolben 75.
 Maßzylinder 74.
 Mattieren von Glas 42.
 MEÛKER-Brenner 135.
 Mensur 74.
 Messen von Gasen 203, 269.
 Meßflasche nach KOHLRAUSCH 17.
 — nach STIFT 17.
 Meßgefäße 74.
 Messing 19.
 Meßpipette 78.
 Metallbad 142.
 Metallbarometer 209.
 Metallgeräte 13.

- Metallmanometer 211.
 Metallspiralensicherung an Schlitzen 37.
 Methylalkohol 7, 92.
 Methylorange 84.
 Methylrot 84.
 Mikrobrenner 137.
 Mikrobürette 82.
 Mikroskop 261.
 Milliliter 73.
 Mischen 49.
 Mischschmelzpunkt 164.
 Mischungsgleichung 94.
 Mischungsregel 94.
 Mischzylinder 50.
 MOHR'SCHE Liter 73.
 MOHR-WESTPHAL'SCHE Dichtewaage 221.
 Molekül 45.
 Mörser 47.
 Motortransmissionen 2.
 Muffe 13.
 Mühlen 48.

 Nachwirkungserscheinungen des Glases 152.
 Nadelventil 191.
 Napfschliff 37.
 Natronkalk 130.
 Nickel 19.
 Nitrobenzol 92.
 Nitrose Gase 7.
 Nitrotuch 101.
 Nitroverbindungen 7.
 Niveaualter 140.
 Nonius 263.
 Normallösung 95.
 Normalschliff 39.
 Normalsiedepunkt 148.
 Normalzustand der Gase 149, 201.
 Nutsche 112.
 —, Belegen mit Filtergewebe 101.

 Objektiv 261.
 Offenes Filter 107.
 Öffnen von Glasröhren 28.
 Ohm 237.
 OHM'SCHES Gesetz 237.
 Okular 261.
 Ölbad 141.
 Optische Ablesung an der analytischen Waage 64.
 Optisches Colorimeter 258.
 Optische Instrumente 259, 261.

 Optische Temperaturmessung 158.
 ORSAT-Apparat 205.

 Parallelschaltung 241, 242.
 Pe-Ce-Filtertuch 101.
 Perforator 183.
 Petroläther 92.
 Phenol 7.
 Phenolphthalein 85.
 PHILIPPS-Becher 16.
 Phosgen 7.
 Phosphorwasserstoff 7.
 p_H-Wert 83, 253.
 —, Messung durch colorimetrische Methoden 256.
 —, — durch elektrometrische Methoden 254.
 Picein 35, 43.
 Pilzaufsatz 136.
 Pinzette 14.
 Pipette 76.
 Pistill 48.
 Platin 20, 32.
 Platindraht, Einschmelzen in ein Glasrohr 30.
 Platingeräte, Reinigung 32.
 Plattenfedermanometer 211.
 Polarisationsapparate 263.
 Polarisiertes Licht 262.
 Polarogramm 251.
 Polarographie 251.
 Porzellan 18.
 Porzellanfiltergeräte 115.
 Porzellengeräte 17.
 Potentiometerschaltung 243.
 Präzisionswaage 59.
 Pressen 118.
 Probenahme fester Stoffe 215.
 — von Flüssigkeiten 216.
 — von Gasen 217.
 Probesteher 216.
 Probiervase 17.
 PULFRICH-Photometer 268.
 Putzwolle, Aufbewahrung 1.
 Pyknometer 220, 222.
 Pyrometer 158.

 Quarz 18.
 Quecksilber 7.
 —, Reinigung 211.
 Quecksilberbarometer 208.
 Quecksilberdichtung 37, 207.
 Quecksilberpumpe 112.

- Quecksilberthermometer 151.
 — für höhere Temperaturen 155.
 Quecksilbertropfelektrode 252.
 Quetschhahn 40.
- Rahmenpresse** 119.
 Rändern von Glasröhrenden 27.
Rapidanalysentrichter 106.
 Reagenzglas 17.
 Reagenzglasgestell 14.
 Reagenzglashalter 14.
 Reagenzpapiere 85.
 Reaktionen unter erhöhtem
 Druck 212.
 — unter Luftabschluß 207.
 Reaktions säule nach SEIDEL 196.
 Reduktionsformel für den Barometerstand 201.
 Reduzierventil 2, 190.
 Reflexion 259.
 Refraktometer 264.
 Regulierung der Temperatur 159.
 — von Gasbrennern 136.
 Reibschale 48.
 Reihensbrenner 137.
 Reinigungsbürsten 31.
 Reinigung von Glasfiltergeräten
 115.
 — von Glasröhren 23.
 — von Laboratoriumsgeräten 31,
 73, 115.
 — von Platingeräten 32.
 — von Quecksilber 211.
 Reiterverschiebung 60, 63.
 REITMAYER-Aufsatz 177.
 Retorte 178.
 Richtigkeit von Maßkolben 229.
 Rieselturm 198, 200.
 Rippentrichter 106, 107.
 Röhrenexsiccator 131.
 Röhrenfeder manometer 211.
 Röhrenofen 244.
 Rohrleitungen 12.
 ROOSE-Metall 142.
 ROSE-Tiegel 134.
 Rostschutzmittel 32.
 Rotamesser 270.
 Rückflußkühler 145, 146.
 Rücklauf einstellung von Büretten
 81.
 Rückschlagventil 41.
 Ruhelage der Waage 65.
 Rührerformen 51.
 Rührvorrichtungen 13, 50.
- Rührwerk mit Quecksilberdichtung 207.
 Rundkolben 16.
 Rußende Flamme 23.
- Saccharometer** 224.
 Sandbad 142.
 Sandfilter 100.
 Sanitätskasten 3, 4, 11.
 Sättigungsdruck des Wasserdampfes 202.
 Sauerstoff 197, 200, 201, 205.
 Sauerstoffgerät 8.
 Saugflasche 116.
 Saugrohre für Gase 217.
 Saugtopf 118.
 Säuren 8.
 Schaltung der Elektrolyse 250.
 — von Widerständen 242.
 Schäumen von Flüssigkeiten 127.
 Scheidetrichter 182.
 SCHELLBACH-Streifen 80.
 Schieberwiderstand 242.
 Schießofen 139.
 Schießrohr 190, 212.
 Schlagstiftmühle 49.
 Schlämmen 54.
 Schlämmzylinder 55.
 Schlangenkühler 146.
 Schleudertrommel 120.
 Schließen von Glasröhrenden
 28.
 Schliffe mit Quecksilberdichtung
 37.
 Schlitzbrenner 22.
 Schmelzen 46.
 Schmelzpunkt 161.
 Schmelzpunktapparat 163.
 Schmelzwärme 148.
 Schmiedeeisen 19.
 Schneiden von Glasröhren und
 Glasstäben 24.
 Schnuffler 8.
 Schornsteinaufsatz 136.
 Schraubenquetschhahn 40.
 Schraubenrührer 51.
 Schreiben auf Glas 42.
 Schüttelapparate 52.
 Schütteltrichter 182.
 Schüttelzylinder 182.
 Schüttgewicht 88.
 Schutzmittel gegen gefährliche
 chemische Stoffe 4.
 Schwarzfärben von Tischen 44.

- Schwefeldioxyd 8, 197, 200.
 Schwefelkohlenstoff 8.
 Schwefelwasserstoff 8, 197, 200.
 Schwingkolbenpumpe 111.
 Schwingungsmethode 68.
 Sedimentärkelch 55.
 Sedimentieren 55.
 Sedimentierzentrifuge 121.
 Seesand 32.
 Segerkegel 158.
 Sicherheitsmaßnahmen im Laboratorium 2.
 Sicherheitsrohr 41.
 Sicherung von Schliffverbindungen 37.
 Sieben 53.
 Siebnummer 54.
 Siebschüttelmaschine 53.
 Siebzentrifuge 120.
 Siedebättchen 168.
 Siederleichter 167.
 Siedekapillaren 168.
 Siedekapillare zur Vakuumdestillation 173.
 Sieden 46, 167.
 Siedepunkt 148, 165.
 Siedepunktserhöhung 166.
 Siedestäbchen 168.
 Siedesteinchen 168.
 Siedeverzug 167.
 Siegellack 43.
 Silber 19.
 Silica-Gel 130.
 Sinterglasplatten 113.
 SOXHLET-Apparat 181.
 — -Kühler 146.
 Spannung 237, 241.
 Spannungsabfall 242.
 Spannungsreihe 239.
 Sparbrenner 137.
 Spatel 14.
 Sperrflüssigkeiten für Gase 192.
 Spezifisches Gewicht 219.
 — — fester Stoffe 219.
 — — von Flüssigkeiten 221.
 — — von Gasen 224.
 Spezifische Wärme 148.
 Spindeln 222.
 Spinnenvorlage 173.
 Spiralfedersicherung von Glasschliffen 37.
 Spiritusbrenner 143.
 Spitzkolben 173.
 Spritzflasche 30.
 Stabthermometer 151.
 Stahlflaschen für Gase 2, 21, 190.
 Stärkelösung 85.
 Stativ 13.
 Stativklemme 13.
 Staubfilter 8, 54.
 Stehkolben 16.
 Steilbrustflasche 43.
 Steinfilter 100.
 Stichflamme 23.
 Stickstoff 200.
 Stickstoffthermometer 155.
 Stockpunkt 161.
 Stockthermometer 151.
 Stöpselrheostat 241.
 Stromdichte 250.
 Stromquellen 239.
 Stromstärke 237.
 Strömungsmesser 269.
 Stufenscheibe 51.
 Sublimationsapparate 178.
 Sublimationstechnik 179.
 Sublimieren 47, 177.
 Tafelwaage 58.
 Talkum 185.
 Tauchsieder 248.
 Tauchung 191.
 TÆCLU-Brenner 136.
 Temperatur 147.
 Temperaturmessung 147, 150.
 Temperaturregulierung 159.
 Temperaturskalen 150.
 Tension des Wasserdampfes 202.
 Tetrachlorkohlenstoff 92.
 Thermolement 157.
 Thermometer 147, 150.
 Thermoregulator 159.
 Tiegel 18.
 Tiegelofen 244.
 Tiegelzange 14.
 Tierkohle 185.
 Titrieren 82.
 Titrierfehler 83.
 Titrierregeln 82.
 Toluol 5, 92.
 Tondreieck 14.
 Tonplatten zum Trocknen 118, 187.
 Torr 208.
 Totalreflexion 260.
 Toter Gang des Thermometers 153.
 Transportgefäße für Gase 218.
 Trichter 101.
 — mit Schleifenrohr 106.

- Trichter mit ungenauem Trichterwinkel 106.
 Trockenmittel für Flüssigkeiten 133.
 — für Gase 200.
 Trockenröhre 199.
 Trockenschrank 130.
 Trockenturm 199.
 Trocknen fester Stoffe 128.
 — von Flüssigkeiten 132.
 — von Gasen 197.
 — von Niederschlägen 125.
 Tropffläschchen 74.
 Tropfröhren 74.
 Tropftrichter 74.
 Trübläufen von Filtraten 104.
 T-Stück 29.
 Turmschutz 139.
Überhitzer 177.
 ÜberlaufEinstellung b. Büretten 81.
 Übersättigte Lösung 89.
 Uhrglas 17.
 Uhrglasklemme 14.
 Uhrglasspanne 14.
 Umfällen 185.
 Umfüllen von Flüssigkeiten 2, 86.
 Umgang m. chemischen Stoffen 1.
 Umhüllen von Glasgeräten mit Asbestpapier 35.
 Umkristallisieren 185.
 Unfallgefahren im chemischen Laboratorium und ihre Verhütung 1.
 Ungesättigte Lösung 89.
 Universalindikator Merck 85.
 U-Rohr 199.
Vakuum 109.
 Vakuumdestillation 172.
 Vakuumexsiccator 129.
 Vakuummeter 210.
 Vakuumsublimation 179.
 Vakuumtrockenschrank 131.
 Veraschen 125.
 Verbandsformel 234.
 Verbindung von Glasröhren 35.
 Verbrennungssofen 235.
 Verbrennungsrohr 234.
 Verdampfen 46, 166.
 Verdampfungswärme 148.
 Verdünnen 93.
 Verdünnte Lösung, Berechnung 94.
 Verdünnte Lösung, Herstellung 93.
 Verdünnungswärme 93.
 Verdunsten 46, 166.
 Verflüssigen von Gasen 47.
 Vergrößerung der Lupe 261.
 Verletzungen 3.
 V-förmige Glasrohrgabelung 30.
 Visierblende 80.
 Viskosimeter nach ENGLER 225.
 — nach HÖPPLER 227.
 — nach UBBELOHDE 226.
 Viskosität 225.
 Vollpipette 76, 229.
 Volt 237.
 Voltmeter 238.
 Volumen 72.
 —, Berechnung 88.
 Vorschaltflasche 110.
 Vorsichtsmaßnahmen beim Wägen 70.
 Vorstoß 170.
 V 2 A-Stahl 19.
Waagen 58.
 Wachstum der Kristalle 188.
 Wägegäschchen 70.
 Wägen 55.
 — mit unrichtigen Waagen 57.
 Wägeschiffchen 70.
 Wahres Liter 72.
 WALTER-Kolben 17.
 Wärme 147.
 Wärmeausdehnung 149.
 Wärmemenge 148.
 Wärmeverteiler 138.
 Waschen von Gasen 197.
 — von Kristallen 187.
 — von Niederschlägen 124.
 Waschflasche 197.
 Wasch- und Trockenmittel für Gase 200.
 Wasser (Feuchtigkeit) 128.
 Wasserbad 140.
 Wasserdampfdestillation 175.
 Wasserstoff 197, 200, 201.
 Wasserstoffelektrode 255.
 Wasserstoffionenkonzentration 253.
 Wasserstrahlgebläse 21.
 Wasserstrahlpumpe 109.
 Wasserturbine 50.
 Wasserwert des Kalorimeters 231.
 — des Viskosimeters 226.

- Watt 237.
Wechselstrom 238.
Weicheiseninstrument 238.
Weichmachen von Kork 33.
WEINHOLD-Gefäß 144.
Werkstoffe der Laboratoriums-
geräte 18.
WHEATSTONESche Brücke 156,
239.
Wichte 219.
Wickelofen 243.
Widerstand 237, 238, 241,
Widerstandsthermometer 156.
WIDMER-Kolonne 171.
Wiederauflösen von Niederschlä-
gen 127.
Winkelheber 87.
Wirkungen des elektrischen Stro-
mes 237.
- Wirkungsweise der Waage 55.
WITTScher Rührer 51.
— -Plättchen 112.
Wollfilter 101.
WOODSche Legierung 142.
WULFFSche Flasche 110.
- Zeigerablesung der analytischen
Waage 61, 64.
Zentesimalwaage 58.
Zentrifugalrührer 51.
Zentrifugieren 120.
Zerkleinern 47.
Zerreißen des Filters 104.
Zersetzungspunkt 162.
Zugverschraubung zur Lockerung
festsitzender Glasstopfen 44.
Zurückschlagen des Brenners 135.
Zuschmelzen von Glasröhren 28.
-