

# Zeitschrift für angewandte Chemie.

1902. Heft 3.

## Neue Apparate für Laboratorium und Vortrag.

Von H. Wislicenus.

(Mittheilung aus dem chemischen Laboratorium der Forstakademie Tharandt.)

Eine Reihe kleiner Apparate, die ich im Laufe längerer Zeit für Colleg und Laboratorium habe herstellen lassen, gebe ich bekannt mit dem Wunsche, dass sie auch anderen Orts, einige davon besonders für einfache ausgestattete Laboratorien, sich nützlich erweisen mögen.

I. Sterische Modelle für organische Chemie habe ich als Tetraeder mit abgestumpften Ecken aus leichtem, schwarzem Carton, welche mittels schwarzen Siegellackes zu anschaulichen Complexmodellen verkittet sind oder beim Selbststudium sehr bequem vereinigt und zerlegt werden können, in zwei Grössen herstellen lassen:

- a) für Demonstrationszwecke Kantenlänge 10 cm,
- b) für Selbststudien Kantenlänge 5 cm.

An solchen fertigen Structur- und Configurationsmodellen lässt sich alles Wünschenswerthe sehr schön demonstrieren. Die anschauliche Weise, wie hier die complicirten räumlichen Beziehungen — auch manche noch wenig erforschte — erkennbar werden, ist sehr anziehend und anregend. Ich ziehe diese steifen, leichten Tetraedermodelle den gebräuchlichen Draht- und Gummischlauchmodellen, die sich zu sehr deformiren vor. Für grössere Complexe würden sich allenfalls noch Drahtmodelle, welche gleichzeitig Kanten und Valenzrichtungen aufweisen, eignen. Sie würden wohl wenigstens ebenso anschaulich sein, aber nicht so bequem — wie Cartonmodelle durch Siegellack — sich zusammenfügen lassen.

Die Firma Hugershoff in Leipzig, welcher die neuen Modelle geschützt sind, bringt auf meine Anregung zunächst eine fertig zusammengestellte Sammlung folgender 25 Configurationn in den Handel: 1. Methan, 2. Äthan (einfache Bindung), 3. Äthylen (Doppelbindung), 4. Acetylen (dreifache Bindung), 5. Propan (auch Modell für Isopropylgruppe), 6. Normalbutan [zwei Möglichkeiten: a) intraplane (cyclopetale) Folge, b) extraplane Folge],

- 7. Isobutan, 8. physikalische (optische) Isomerie, Van't Hoff; a) „asymmetrisches Kohlenstoffatom“, b) identische Configuration.
- 9. Geometrische Isomerie, Van't Hoff-J. Wislicenus; a) plansymmetrische („Cis“-) Stellung, malenoïde Form, b) axialsymmetrische („Trans“-)Stellung, fumaroïde Form.
- 10. Isomerie der Zucker, E. Fischer; a) l-Glukose, b) d-Glukose, 11. Trimethen (Trimethylen), 12. Tetramethen (Tetramethylen), 13. Pentamethen (Pentamethylen), 14. Hexamethen (Hexamethylen, Hexahydrobenzol), 15. Heptamethen, 16. Benzolformeln: a) Kekulé-Formel, b) Armstrong-Baeyer-Claus-Dewar-Formel (Centrische Formeln), c) Erlenmeyer-Formel. 17. „Cis-Trans“-Isomerie (Baeyer) (2 Beispiele:  $\text{A} 3,5\text{-Dihydroptalsäuren}$ ) a) „cis“  $\text{A} 3,5\text{-D}$ , b) „trans“  $\text{A} 3,5\text{-D}$ . 18. „Condensirte“ Benzolkerne. Beispiel: Naphtalin.

Die Wasserstoffatome sind einstweilen durch weissen Siegellack, bez. mit weissem Siegellack überzogene Korkstückchen dargestellt, andere Substituenten durch andersfarbige Körkchen (Sauerstoff blau, Hydroxyl weisser und blauer Kork aneinander gesiegelt, Schwefel gelb, andere grün etc.). Die Modelle sind sämtlich auf Drahtfüßen zum Aufstellen fertig montirt.

II. Fig. 1 ist ein Präparatenglas für Unterrichtssammlungen, welches ich für meine organische Demonstrationssammlung habe herstellen lassen. Es wird von F. Hugershoff, Leipzig, in den Handel gebracht.

Neuartig ist der Stopfen S. Das Gefäß selbst ist ein gewöhnlicher, etwas weithalsiger Standzylinder von gebräuchlicher mittlerer Grösse, welcher mit gewöhnlichem Glasstopfen für feste Präparate (oder mit eingeschobenem Flüssigkeitsröhren für seltene flüssige Präparate) benutzt wird, mit meinem Demonstrationsstopfen aber für solche flüssige Präparate, an welchen charakteristische Gerüche oder Reactionen im Colleg vorzuführen sind.

Das alljährliche Öffnen der Gefässe verdirtt bekanntlich viele Präparate sehr schnell.

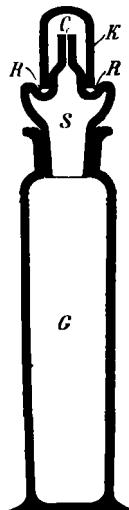


Fig. 1.

Man unterlässt es deshalb gern, beispielsweise werthvollere Ester, Terpene und andere ätherische Öle etc. regelmässig den verderblichen Einflüssen beim Herumreichen und Öffnen der Gläser auszusetzen oder etwas herauszunehmen, um Reactionen anzustellen.

Geruch und Reactionen werden hier an einer Spur Substanz demonstriert, welche fast ohne Luftzutritt und ohne Lüftung des Stopfens aus dem capillaren Ansatzröhren des Hohlstopfens in die darüber gestülpte aufgeschliffene Kappe austreten, wenn man das Gefäß einmal umgekehrt und dann in die warme Hand genommen hat.

In der Kappe kann etwas Glaswolle, Watte etc. untergebracht werden, so dass das ausgetretene Tröpfchen möglichst intensiv in der Kappe zu riechen ist. Was herausgetreten ist und etwa an der Luft verdirbt, tritt nicht wieder in das Gefäß zurück. Es schützt vielmehr die übergetretene Substanz den Vorrath im Gefäß vor Zerstörung.

Die Präparate bleiben so wesentlich länger rein trotz ausreichender Benutzung.

Die aufgeschliffene Kappe *K* taucht in eine äusserliche Rinne *R* des Hohlstopfens. Diese Rinne dient zum völligen Abdichten mittels Paraffins etc. für die Zeit der Aufbewahrung bis zur nächsten Benutzung.

Die Capillare und die Kappe können vor der Demonstration leicht gereinigt werden. Will man aber z. B. den Übergang des Wohlgeruchs von Estern in den übeln ihrer Verseifungsproducte neben einander vorführen, so dichtet man nicht ab, reinigt nur die Capillare, welche nach erneutem Austritt eines Tropfens der Substanz deren frischen Geruch aufzieht, während der Rest in der Kappe den Zersetzungsgeruch hat.

III. Ein Absorptions- und Waschgefäß von sehr intensiver Wirkung selbst bei schnell ziehendem Gasstrom habe ich bereits früher erwähnt<sup>1)</sup>, aber nicht beschrieben.

Fig. 2 stellt ein cylindrisches Glasgefäß mit eingeschliffenem, hohlem Stopfen dar. Der Stopfen trägt ein Rohr mit einem Stückchen Gummischlauch und seitlichem Saugrohr. Durch den Gummischlauch ist ein unten erweitertes Zuleitungsrohr, auf welches einige durchlochte Glasglocken aufgereiht sind, hindurchgeschoben. Diese Glasglocken schliessen sich eng an die Gefäßwandung und an das Zuleitungsrohr an. Sie vertheilen das die Flüssigkeit durchziehende Gas sehr vortheilhaft und ersetzen die Glasperlenfüllung sol-

cher Intensiv-Waschgefässe, wie sie beispielsweise C. Engler zu seinem Apparat zur Bestimmung des Schwefels im Petroleum<sup>2)</sup> benutzen musste, weil daselbst aus einem schnellziehenden Strom von Verbrennungsgasen relativ geringe Mengen von schwefliger Säure zu absorbiren sind. Für reines (schwefelsäurefreies) Wasserstoffsuperoxyd (E. Merck), welches ich zur Bestimmung der schwefligen Säure an Stelle der Bromitlauge für sehr geeignet halte, sind Glasperlen in der Flüssigkeit unbrauchbar. Grössere Mengen davon bieten überhaupt mancherlei Nachtheile für das quantitativen analytischen Arbeiten. An dem hier beschriebenen Waschgefäß sind alle Theile leicht aus einander zu nehmen, einzeln abwaschbar und einzeln ersetzbar.

Eine Glasglocke wenigstens soll über der absorbirenden Flüssigkeit, so lange diese in Ruhe ist, hängen. Sie fängt einen Theil der zerstäubten Flüssigkeit auf. Die oberste Glasglocke ist umgekehrt auf das Zuleitungsrohr aufgeschoben. Sie schiebt sich eng passend in die Höhlung des Glasstopfens hinein und bildet mit letzterem zusammen einen Hohlraum, welcher mit Glasperlen, Glaswolle etc., auch mit einem festen Absorptionsmittel beschickt werden kann. Durch diesen Raum muss das abziehende Gas seinen Weg nehmen und jede Spur zerstäubter und mitgerissener Flüssigkeit abgeben.

Nach Gebrauch kann der Stopfen hochgeschoben und die wenigen Glasperlen direct in das Gefäß hinein abgespült werden.

Eine Anwendungsweise für die exakte analytische Veraschung habe ich a. a. O.<sup>1)</sup> genau beschrieben.

Die Alleinherstellung hat die Firma F. Hugershoff in Leipzig.

IV. Das einfache Glasröhrensystem, dessen vielseitige Anwendbarkeit durch Fig. 3 bis 10 erläutert ist, ermöglicht mit geringen Hülfsmitteln eine bequeme Zusammenstellung mancher vielbenutzter Apparate in neuer Gestalt. Vielleicht sind diese Angaben daher besonders für einfacher ausgestattete Laboratorien von Interesse.

Das Hauptstück des Glasröhrensystems ist ein Dreiwegrohr von besonderer Gestalt

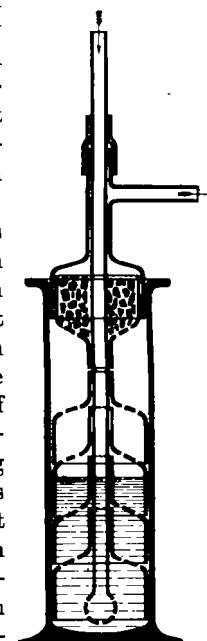


Fig. 2.

<sup>1)</sup> Zeitschr. f. analyt. Chemie **40** (1901), 441 und Zeitschr. f. angew. Chemie **14** (1901), 705.

<sup>2)</sup> Chem.-Ztg. **1896** I, 197.

und besonderen Dimensionen, wie in Fig. 3 ersichtlich: ein 10 cm langes Rohr *a* von 15 mm l. W. mit Saugansatz *b* und 3 cm langem Hals von 7 mm l. W. Mit den dazu passenden Ergänzungsteilen können daraus folgende Apparate leicht zusammengesetzt werden:

1. Filtrirapparat für kleine Proben („miniochemisches“ Filter).
2. Einfaches und wirksames Rückschlag- und Steuerventil.
3. Vacuumdestillationsapparat aus gewöhnlichem Vacuumexsiccator.
4. Vorrichtung zur titrimetrischen Eisenbestimmung.
5. Verschiedene andere Hülfsapparate, und zwar: beliebig verstellbarer Kühler, Niveauregulator für Wasserbäder, einfacher Thermoregulator, sowie aus gewöhnlichen Flaschen und Kolben: Waschflaschen, Saugfilterflaschen, Destillirkolben etc., ferner Ansaugvorrichtung für Heber.

Dieses Röhrchen mit allen Ersatztheilen liefern in guter Ausführung die Glasbläserei F. O. R. Goetze, Leipzig, Kramerstrasse, und F. Hugershoff, Leipzig, Karolinenstrasse.

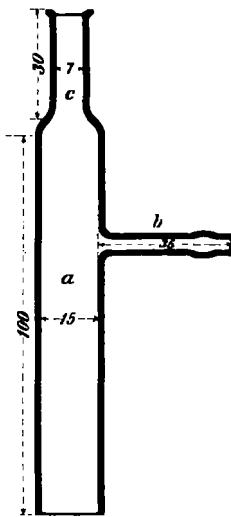


Fig. 3.

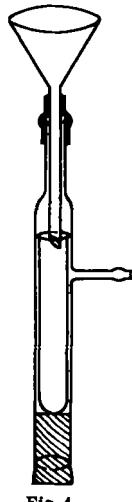


Fig. 4.

1. Nach Fig. 4 als Filtrirapparat für sogenanntes miniochemisches Arbeiten, sehr bequem an Stelle der Filtrirglässchen (Reagensgläser mit Saugansatz) zum Filtriren kleiner Proben zu verwenden. Über den Hals des Hauptstückes ist ein Stückchen Schlauch gezogen, durch welchen auswechselbare kleine Trichterchen stets dicht eingeschoben werden können, ohne Anwendung durchbohrter Stopfen. Durch die weite Öffnung werden unter die Trichteröffnung die neuerdings vielbenutzten kleinen etwa 12—14 mm weiten, etwa 8 cm langen Reagensglässchen einge-

schoben und die untere Öffnung zugestopft. Wenn der kleine Apparat von einer Stativklammer festgehalten wird, so ist die Auswechselung der kleinen Reagirglässchen und Trichter für eine grosse Reihe von Filtrirproben wesentlich bequemer, als bei den bisher gebräuchlichen Filtrirröhren.

Wenn über den unteren Rand des Hauptstückes ein Gummischlauch gezogen ist, so kann ebenso gut ein gewöhnliches weites Reagensglas dicht angesetzt werden, etwa für ausgiebiges Auswaschen kleiner Niederschläge.

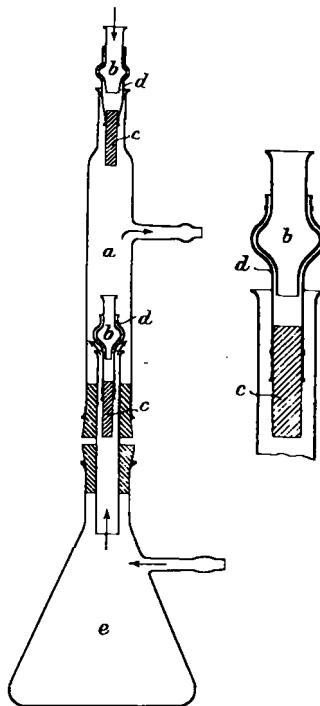


Fig. 5.

2. Fig. 5 zeigt die Herstellung eines empfindlichen Rückschlag- und Steuerventils aus dem Hauptstück *a* und den Ergänzungsteilen *b* *c* *d*, welch letztere die eigentlichen Ventile sind. Ein solches Ventilröhren ist vergrössert nebenan gezeichnet. *b* ist ein unten etwas ausgebauchtes Glasröhren. Ein dünnwandiger Kautschuk-schlauch *d* ist darüber gezogen und unten durch ein Stückchen Glasstab *c* verschlossen.

Ein äusseres Ventil sitzt im Hals des Hauptstückes. Beim Saugen der Pumpe bläht sich dessen Gummi ein wenig auf und schliesst oben dicht ab. Das zweite, innere Ventil liegt locker in einem eingesetzten Glasrohr, das zum Vacuumgefäß oder zu einem zwischengeschalteten Sicherheitsgefäß *e* führt.

Beim Zurückschlagen einer unsicheren Wasserstrahlpumpe oder bei willkürlicher Umsteuerung schliesst das innere Ventil, und durch das äussere fliesst das eventuell übergetretene Wasser aus.

An Stelle dieser Kautschukverschlusstheile könnten natürlich auch Glasschliffe oder Bunsen'sche Schlitzventile benutzt werden. Der neue Verschluss ist sehr einfach herzustellen. Wichtig ist, dass die Kautschuk-schlauchstücke frisch und nicht zu dickwandig sind. Auch müssen sie locker im Führungsrohr laufen. Der Rand des letzteren darf nicht stark uneben sein. Das Herausspringen des inneren Ventils wird durch ein längeres Glasstäbchen oder durch tiefes Hineinschieben des Röhrchens vermieden.

Es arbeitet etwas sicherer und ist einfacher herzustellen, als die früher von mir angegebene, ausschliesslich als Sicherheitsventil für Wasserstrahlumpen benutzbare Vorrichtung<sup>3)</sup>.

3. Dort (a. a. O., S. 3293) ist ferner ein Vacuumdestillationsapparat beschrieben, welcher sich ebenfalls mittels des neuen Glässerhensystems verbessern lässt. Jeder Vacuum-exsiccator kann durch Einsetzen des Hauptstückes *a* mit den 3 Ergänzungsteilen *b*, *c*, *d* in einen Apparat zur fractionirten Destillation im Vacuum, Fig. 6, umgewandelt werden.

*b* ist das eingeschobene Drehrohr mit Verschlussring aus Kautschuk *KR*. In dieses ist der Kühlervorstoß *c* eingesetzt und ebenfalls durch einen Verschlussring *KR* abgedichtet. An das Drehrohr *b* ist innen der Vertheilungsvorstoß *d* vorgeschüttet. Das Drehrohr ist zwischen diesen kleinen Kautschukringen in der That ohne Störung des Vacuums gut drehbar und genügend abgedichtet. Die grösseren Kautschukringe der ehemaligen Einrichtung hafteten oft etwas zu stark am Glase, so dass das Umdrehen des Vertheilungsrohres nicht immer glatt ging, was der Anwendung des Apparates manchmal im Wege gestanden haben mag. Diese Einrichtung soll nicht etwa andere bequeme (aber durch Glasschliffe etc. kostspielige und zerbrechliche) Apparate verdrängen, wohl aber giebt es keine Einrichtung, welche mit so einfachen Mitteln aus gewöhnlichen Exsiccatorn und wenigen leicht zu reinigenden und ersetzbaren Glasröhren zusammengesetzt werden könnte.

4. Das oben beschriebene Ventil kann in etwas anderer Zusammenstellung zur titrimetrischen Eisenbestimmung verwendet werden. In Fig. 7 ist beispielsweise eine andere Art von Ventilröhren gezeichnet, für welches aber auch das Bunsen'sche Schlitzventil, wie gebräuchlich, eingesetzt werden kann. Man setzt dann, um das Herunterlaufen von Condensationswasser am Glas zu vermeiden, das Hauptstück umgekehrt als Ableitung für das Wasser auf.

<sup>3)</sup> Ber. d. D. Chem. Ges. 23, 1890, 3292.

5. Schliesslich eignet sich das Hauptstück auch zur Zusammenstellung mancher bekannter Hülfssapparate, wie aus Fig. 8, 9 und 10 ersichtlich.

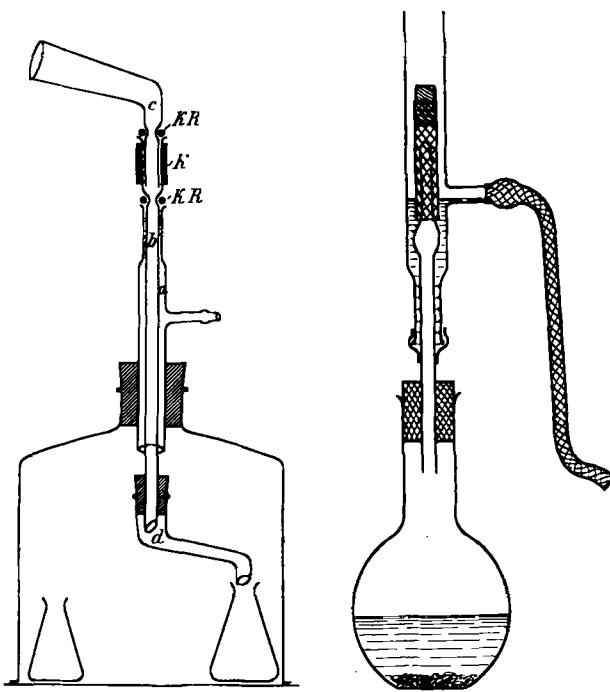


Fig. 6.

Fig. 7.

Fig. 8: Wasserbad mit Niveauregler *N* und Thermoregulator *T*, welche beide aus dem gleichen Hauptstück gebildet sind. Für einigermaassen konstante Temperaturen unter 100° arbeitet der Regulator vollkommen ausreichend. Der Tubus für den Thermoregulator am Wasserbehälter kann auch zur Verbindung einer Colonne von Wasserbädern dienen.

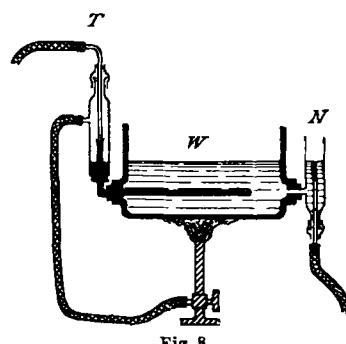


Fig. 8.

Fig. 9: a) ein gewöhnlicher Kolben, mittels des Hauptstückes umgewandelt in einen Destillationskolben; b) ein beliebig verlängerbarer und verstellbarer kleiner Kühlert aus 2 Hauptstücken, die durch Schlauch, eventuell mit zwischengeschaltetem Verlängerungsrohr verbunden werden.

Fig. 10: a) Waschflasche; b) Saugfilterflasche, als Beispiele weiterer kleiner Au-

wendungen des Hauptstückes; c) Anwendung zum Ansaugen von Hebern (unten mit dem Finger oder Stopfen verschlossen, dann das Saugrohr hinaufgeschoben).

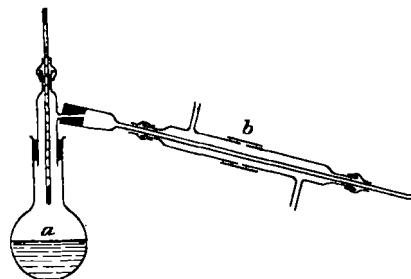


Fig. 9.

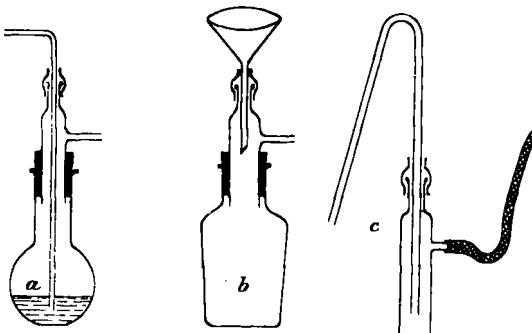


Fig. 10.

V. Fig. 11 stellt einen heizbaren Vacuumexsiccator dar, der etwas anders eingerichtet ist, als die von Brühl<sup>4)</sup> und Anschütz<sup>5)</sup> angegebenen Verdunstungsapparate. Ein gläserner Vacuumexsiccator ist mit 2 seitlichen Tuben *a* und *b* versehen, durch

Fig. 11.

welche eine Bleirohrspirale von solcher Stärke geführt ist, dass dieselbe auch bei 100° den Innendruck von 1 Atm. aushält. Diese Spirale liegt auf einer vielfach durchlochten Blei-

<sup>4)</sup> Ber. d. D. Chem. Ges. **24**, 1891, 2457.

<sup>5)</sup> Lieb. Ann. **228**, 1885, 305.

platte *d* auf, welche die Wärme möglichst von der Schale mit dem hygroskopischen Mittel abhält. Als solche kann  $P_2O_5$ , aber für weniger empfindliche Versuche auch conc. Schwefelsäure eingebracht werden. Die letztere bleibt genügend kalt und verdunstet selbst bei starkem Evacuire nicht merkbar, wovon man sich z. B. leicht durch Einstellen von reiner Soda überzeugen kann. In dieser konnte ich nach vielfachem Evacuire und Heizen kein Sulfat nachweisen.

Man heizt zunächst bei offenem Hahn an und beginnt erst etwas später mit dem Evacuire, dann wird in der trockenen Luft die Substanz zunächst leichter warm und weiterhin die Feuchtigkeit schnell abgegeben. Die störenden Oxydationen bei der analytischen Trockensubstanzermittlung werden möglichst vermieden, was beispielsweise bei den empfindlichen Gerbstoffmaterialien von Bedeutung ist. Die Trockensubstanz gibt da etwas andere Zahlen als im Trockenschrank, wohl aber richtigere Zahlen.

$CuSO_4 \cdot 5H_2O$  gibt die 4 locker gebundenen Krystallwassermoleküle allerdings etwas schwieriger ab als im Trockenschrank. Für solche Krystallwasserbestimmungen wäre also letzterer geeigneter.

Um Platinschalen unbedenklich auf die Heizspirale aufsetzen zu können, überdeckt man letztere mit etwas sog. „Platinrausch“ (dünstem Platinblech). Die Spirale kann auch direct in einen Wärmespeicher eingetaucht werden, z. B. in eine flache Schale mit (geschmolzenem) Hartparaffin, so dass die Heizwirkung auch nach Unterbrechung des Dampfstromes anhält. An Stelle der Spirale könnte schliesslich das Brühl'sche Heizkästchen aus Kupfer (l. c.) eingesetzt werden. Eine ganze Reihe solcher Exsiccatoare, hinter einander geschaltet, sind natürlich gleichzeitig durch Dampf heizbar.

Auch diesen heizbaren Exsiccator vertreibt die Firma F. Hugershoff unter Musterschutz.

#### Allgemeiner Bericht über Sauerstoff-activirung.

Von E. Baur in München.

Unter Sauerstoffactivirung versteht man die Thatsache, dass neben der Oxydation, welche oxydable Stoffe an der Luft erleiden, Hydroperoxyd oder Stoffe vom Typus desselben oder Ozon entstehen, bez. gleichzeitig anwesende, für sich durch Luft entweder gar nicht oder nur sehr langsam oxydable Stoffe mitoxydiert werden.

Z. B. erhält man Reaction auf Hydroperoxyd bei der Oxydation der folgenden Stoffe: nascierender Wasserstoff, Phosphor, Natrium,