

Die Möglichkeit, mit einer an Zink hochprozentigeren Gattierung arbeiten zu können, Gewinnung von mindestens einem Drittel mehr an Zink als mit den bisherigen Vorrichtungen, Ersparung von einem Drittel des bisherigen Brennmaterials und einem Drittel des Schürerlohnes, endlich größere Haltbarkeit der Muffeln usw., weil keine Zeit zur Schlackenbildung vorhanden ist.

(Pat.-Anm. St. 9874 VI 40a.)

Neuerungen in Laboratoriumsapparaten.

(Fortsetzung.)¹⁾

Von cand. phil. HEINRICH LEISER.

(Eingeg. d. 24./12. 1906.)

2. Selbsttätiger Filtriertrichter für die quantitative Analyse.²⁾

Zweifellos gehört zu den eintönigsten Arbeiten des Chemikers das Filtrieren bei quantitativen Analysen. So langweilig und zeitraubend aber auch einerseits dieses Füllen eines quantitativen Filters und das Zählen der durchgesickerten Tropfen ist,

so erfordert es doch, um genaue Resultate zu erzielen, ein peinliches Arbeiten.

Der in Fig. 1 abgebildete Apparat befriedigt nun die beiden Forderungen der selbsttätigen Füllung und des peinlichen Arbeitens in einfachster Weise.

Was zunächst die erste von beiden betrifft, so wird das ständige Nachfüllen dadurch vermieden, daß man die in ein trichterförmiges oben geschlossenes Gefäß hineingespülte Analysenflüssigkeit in einem darunterhängenden quantitativen Filter einmal

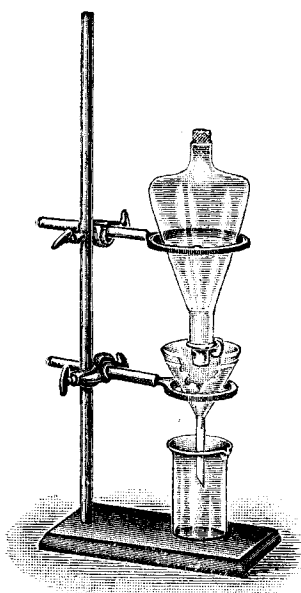


Fig. 1.

eingestelltes, aber dann konstantes Niveau halten läßt, dadurch, daß man sie durch irgendwelche Kräfte zum Stillstand zwingt, wenn sie im Filter eine bestimmte Höhe erreicht hat, und sie erst wieder dann fließen läßt, wenn das Niveau durch Abtropfen ein niedrigeres geworden ist.

Dieses Prinzip, das an sich nicht neu ist, war in seinen bisherigen Ausführungen absolut unbrauchbar.

¹⁾ Vgl. diese Z. 19, 1426 (1906).

²⁾ D. R. P. 23 125 a, Kl. 421. Von der Firma Dr. Robert Muenke Berlin, Luisenstr. 58, in den Handel gebracht.

Man steckte bisher, wenn man Ähnliches erreichen wollte, zwei Glasröhren ungleicher Länge, von denen das eine, das Ausflußrohr, ziemlich oben abschnitt, das andere, das Luftzuführungsrohr, bis nahezu auf den Boden reichte, in den Stopfen einer gefüllten Flasche, kippte sie in ein darunter befindliches Filter und beobachtete, wie aus dem Ausflußrohr Flüssigkeit ausfloß, während durch das andere Rohr Luft eingesaugt wurde. Wenn der steigende Flüssigkeitsspiegel im Trichter das die Luft einsaugende lange Rohr erreicht hat, wird es geschlossen; Luft kann nicht mehr Zutreten; der Ausfluß stockt; erst wenn das Niveau wieder gesunken und das lange Rohr wieder frei geworden ist, kann das Spiel von neuem beginnen.

Ganz so einfach stellt sich nun aber in Wirklichkeit dieser Vorgang nicht dar, vielmehr birgt die eben erwähnte Anordnung so bedenkliche Fehler in sich, daß eine Anwendung z w e i e r Röhren für quantitatives Arbeiten ohne weiteres ausgeschlossen ist.

Dieses aber hauptsächlich aus zwei Gründen. Durch das Ausfließen der Flüssigkeit wird in dem oben geschlossenen Raume ein Unterdruck erzeugt, der in dem langen Rohr Flüssigkeit bis zu gleicher Höhe mit dem im Gefäß befindlichen Quantum hochsteigen läßt. Aus dem auf dem Filter lagernden Volumen stammend, müßte sie naturgemäß Teilchen von Niederschlägen enthalten, die sich in dem langen unzugänglichen Rohre festsetzen und ein quantitatives Arbeiten unmöglich machen würden.

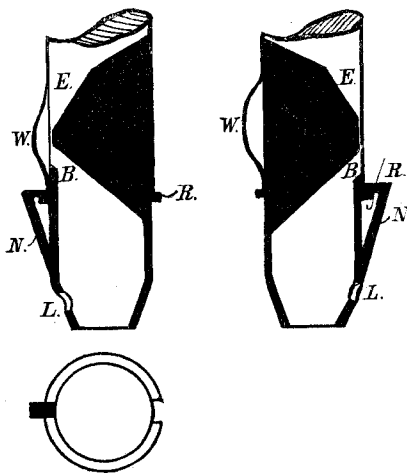


Fig. 2.

Der zweite Nachteil besteht darin, daß, wenn nun schon der Flüssigkeitsspiegel sinkt, in demselben Rohr, das stets eine ziemliche Länge aufweisen und (da Flaschenhälse auch nicht zu breit gemacht und quantitative Filter nicht zu groß gewählt werden dürfen), auch sehr eng sein müßte, die lange schmale Flüssigkeitssäule, die hochgesaugt worden ist, sehr schwer, meist überhaupt nicht, ablaufen wird. Denn auch dazu muß Luft in das Gefäß eindringen können, und woher soll sie kommen, da auch das andere Rohr vollständig angefüllt ist?

Aber ganz abgesehen von dieser höchst be-

denklichen Betriebsunsicherheit dürfte das Aufsteigen von Analysenmaterial in fast unzugängliche Röhren bei einer quantitativen Filtration derartig schwer ins Gewicht fallen, daß der Apparat für quantitative Zwecke einfach unbrauchbar ist.

Sollte ein selbsttätiger Apparat jemals für quantitative Zwecke verwendet werden können, so müßte das lange Rohr fallen. Seine Ausschaltung gelang nach vielen vergeblichen Versuchen in überraschend einfacher Weise dadurch, daß an dem Ausflußrohr ein seitliches Loch angebracht und das Rohr selbst, was nun ohne weiteres möglich war, von bedeutend größerem Durchmesser gewählt wurde.

Damit waren beide Fehlerquellen auf einmal beseitigt: ein Hochsteigen des suspendierten Niederschlages findet nicht mehr statt und jedes Versagen

ist ausgeschlossen. Da durch die seitliche Öffnung dem Eindringen der Luft ein ganz bedeutend geringerer Widerstand entgegengesetzt wird, erfolgt das Abfließen absolut sicher.

Noch aber fehlte dem Apparat ein zweites, nicht minder wichtiges Konstruktionsmoment. Es muß nämlich das großtrichterförmige Gefäß so lange unten verschlossen werden, als es oben offen ist, solange das Hineinspülen der Analysenflüssigkeit in den Vorratstrichter dauert, wobei es durchaus nicht gleichgültig ist, welcher Art der Verschluss ist. Die Bedingungen, denen er unterliegt, konzentrieren sich in bequ-

mer Zugänglichkeit und leichtester Abspülbarkeit eines jeden seiner Teile, damit sich auch nicht das geringste Partikelchen vor dem reinigenden Strahl der Spritzflasche verkriechen kann. Die gewöhnlichen Hähne, die sogen. Geierschen, erwiesen sich teils deswegen, weil sie zu leicht durch einen etwas voluminösen Niederschlag verstopft werden würden, teils, weil das Abspülen von der Seite erfolgen müßte, und dann der Strahl über das Filter hinwegspritzen könnte, als unbrauchbar.

Als praktisch durchaus verwendbar hat sich nach Überwindung bedeutender glastechnischer Schwierigkeiten einzig und allein ein Hahn erwiesen, dessen Skizze Fig. 2 bringt. Der große Vorrats-trichter endet in einen abgeschliffenen Hals, der bei R mit einem Kragen versehen ist und bei W einen Wulst hat. In diesem Hals dreht sich ein

ebenfalls abgeschliffener Stöpsel, der, wie aus der Figur ersichtlich, mit einer Einbuchtung bei E und einem Loch bei B versehen ist. Er besteht oben aus Vollglas und geht unten in ein Rohr über, welches die seitliche Öffnung L aufzuweisen hat, die zur Konstanterhaltung des Niveaus dient. Ein Bügel N, der auf dem Kragen schleift, verhindert das Herunterfallen und erlaubt, ähnlich wie bei einem Bajonettverschluß, nur in einer bestimmten Stellung das Abnehmen des Stöpsels zum Abspülen. Es erhebt ohne jede Erklärung, daß der Trichter in der gezeichneten Lage offen ist und durch Drehen des Bügels geschlossen werden kann.

Eine quantitative Analyse wäre nun mit Hilfe des selbsttätigen Filtriertrichters ungefähr so auszuführen, daß man den Apparat in ein kleines quantitatives Filter hineinhängt, durch Drehen des Bügels den Ablauf abschließt und nun die Analysesubstanz in den Trichter hineinspült. Nachdem alsdann der Gummistopfen sorgfältig fest hineingedrückt worden ist, öffnet man den Apparat wiederum durch Drehen am Bügel und überläßt nun — vielleicht die Nacht hindurch — die ganze Anordnung sich selbst, bis das gesamte Flüssigkeitsvolumen durch das Filter gegangen ist. Dann spült man mit geringen Wassermengen die Wände des Trichters wie bei einem Becherglase ab und hilft, wo es not tut, mit einer etwas gebogenen Gummifahne nach, und sobald auch dieses Quantum abgelaufen ist, nimmt man den Stöpsel heraus und kann ihn mit der größten Bequemlichkeit und Akkuratess

direkt in das Filter wie etwa einen Glasstab abspülen, wobei man ihn am Bügel hält. Auch Wulst und Hals, die ebenfalls bequem zugänglich sind, werden zum Überfluß noch ein wenig mit destilliertem Wasser gewaschen. Es ist nun auch ohne weiteres ersichtlich, welche bedeutenden Vorteile der hier angewendete Hahn vor anderen Abschlußteilen aufzuweisen hat.

Ohne Frage wird die hier geschilderte Vorrichtung mit größtem Vorteil dann anzuwenden sein, wenn es sich weniger um den Niederschlag als vielmehr um das Filtrat handelt, und hier wird er mit jeder nur wünschenswerten Bequemlichkeit und der denkbar besten Genauigkeit arbeiten.

Sonst wird es allerdings Fälle geben, wo man die letzten Spuren des Niederschlages nur mit Mühe loszulösen imstande sein wird, aber man wird es, was ich betonen möchte, bei diesen Analysen auch

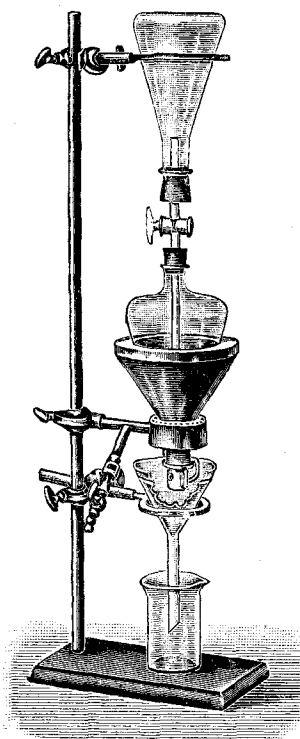


Fig. 3.

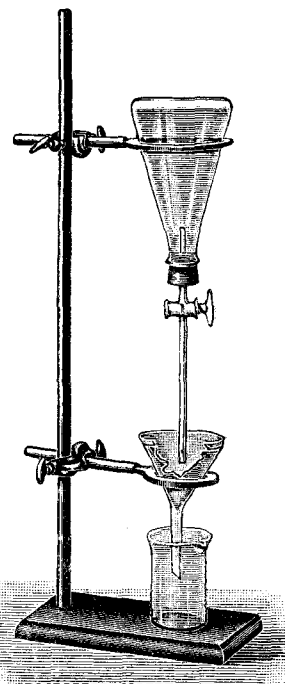


Fig. 4.

im Becherglase nicht viel leichter haben, und es wird, wie mir scheint, auch dann noch stets eine ganz bedeutende Zeitersparnis zu verzeichnen sein, wenn wirklich das Ausspülen einige wenige Minuten — aber auch nicht mehr — beanspruchen sollte. Denn auch der Trichter ist in seinen einzelnen Teilen genau so zugänglich wie ein Erlenmeyer.

Man kann auch — und das ist ebenso sehr ein Vorzug — die Reaktion direkt im Trichter einwirken lassen, allerdings beiden wenigen Fällungen nicht, die man nachher noch längere Zeit sieden lassen muß.

Wenn man ferner genötigt ist, in der Wärme zu filtrieren, so läßt sich ebenfalls kein bequemerer Hilfsmittel denken, als wenn man den Apparat in einen Heißwassertrichter steckt, und man hat hier wie überhaupt den Vorteil, daß die Analysenflüssigkeit mit der Luft wenig in Berührung kommt und daß das Filter stets bis zum Rande gefüllt ist. Fig. 3 zeigt eine derartige Kombination.

Es ist hier ein „Filtriertrichter“ abgebildet, der in einem Erhitzer über einem mehrfachen quantitativen, kleinen Filter aufgehängt ist.

Als Neuerung sei hierbei gleichzeitig noch ein **3. Apparat zum Auswaschen von Niederschlägen** erwähnt, den Fig. 4 noch einmal zeigt.

Er besteht aus einem Erlenmeyer, den man mit destilliertem Wasser füllt und einer Röhre, die

unten mit einem Loch und zweckmäßig auch noch mit einem Hahn versehen ist. Die Wirkungsweise ist die bekannte, und da er so überaus einfach ist, dürfte sich ihn jeder ohne viel Mühe zu desto größerem Nutzen selber herstellen können.

Erklärung.

Von G. LUNGE.

(Eingeg. d. 19./6. 1907.)

Die in Nr. 21 d. Zschr. S. 890 gemachten Feststellungen Herrn Raschigs über die Geschichte der Sulfonitronsäure erledigen sich von selbst, wenn man in den, aus meinem gegen einen Dritten gerichteten Aufsätze entnommenen, Satz das Wörtchen: „auch“ einschiebt, also liest: „dieser auch von uns nachgewiesenen Zwischenstufe usw.“ Ich kann mir nichts anderes denken, als das jeder Unbefangene, der unserer Kontroverse gefolgt ist, meine damalige Äußerung ohnehin so aufgefaßt hat. Hiermit sehe ich diesen Gegenstand als für mich erledigt an.

Zürich, 26. Mai 1907.

Referate.

II II. Ätherische Öle und Riechstoffe.

A. Birckenstock. Der Einfluß der Destillationszeit und der Hybridation auf die Zusammensetzung einiger ätherischer Öle. (Moniteur scientifique Quesneville Mai 1906, 352.)

Viele ätherische Öle zeigen in ihren physikalischen und chemischen Konstanten derartige Schwankungen, daß dem analytischen Chemiker die Entscheidung über Reinheit oder Verfälschung oft große Schwierigkeiten macht. Die mangelnde Übereinstimmung der Öle liegt einerseits an den verschiedenen Gewinnungsmethoden, andererseits an den noch verhältnismäßig wenig studierten Einflüssen von Jahreszeit, Klima, Vorkommen und dgl. So neigen besonders die Labiaten stark zur Hybridation, die ebenfalls von Einfluß auf die Zusammensetzung des Öls ist.

Einfluß der Destillationszeit beim Rautenöl. Französisches Rautenöl, das zum größten Teil aus Methylnonylketon besteht, wird bei $+10^{\circ}$ fest, während algerisches Öl, das fast nur Methylheptylketon enthält, erst bei -15 bis -16° erstarrt. Die botanische Untersuchung ergab völlige Identität beider Pflanzen. Ein in drei verschiedenen Wachstumsstadien in Algerien unternommener Destillationsversuch zeigte, daß das im Frühjahr und Sommer gewonnene Öl, wie gewöhnlich, erst bei -11° fest wurde, während aber das im Herbst destillierte Öl, genau wie das französische, bei $+9,7^{\circ}$ erstarrte.

Einfluß der Destillationszeit

beim Rosmarinöl. Allgemein wird als Kriterium der Reinheit diese Öles die Rechtsdrehung der ersten 10% des fraktionierten Öls angesehen. Wie der Verf. nachweisen konnte, kommen auch unverfälschte Rosmarinöle vor, die eine sonst auf eine Verfälschung mit französischem Terpentinsel deutende Linksdrehung der ersten 10% aufweisen. Im Frühjahr destilliertes Kraut von Hérault war in 80%igem Alkohol nur im Verhältnis von 1:6 löslich; die Drehung war $+6^{\circ}32'$, die der ersten 10% $-4^{\circ}10'$, auch die nachfolgenden beiden Fraktionen von je 16% waren linksdrehend. Das im Sommer gewonnene Öl war schon im selben Teil 80%igen Alkohols löslich, drehte $+8^{\circ}17'$, Drehung der ersten 10% $-0^{\circ}28'$, dagegen drehten die nachfolgenden beiden 16% schon rechts. Im Spätherbst destilliertes Öl drehte $+11^{\circ}0'$, die ersten 10% $+1^{\circ}58'$. Ein Frühjahrsöl aus Cannes, das $-0^{\circ}57'$ drehte, lieferte bei Herausfraktionierung der 10% ein Destillat von der Drehung $-13^{\circ}38'$. Spanisches Öl zeigte das entgegengesetzte Verhalten; Frühjahrsöl hatte $+9^{\circ}47'$, die ersten 10% $+14^{\circ}29'$ ähnlich drehten die späteren Anteile; Herbstöl drehte bedeutend schwächer rechts, $+3^{\circ}12'$, und nach der Fraktionierung $+3^{\circ}30'$ bzw. $+3^{\circ}29'$ und $3^{\circ}15'$. (Vgl. über die Drehung des Rosmarinöls Parry und Bennett (Chemist and Druggist 68, 671 [1906], vgl. das folgende Ref.).

Einfluß der Hybridation auf Lavendel- und Spiköl. Die bisher fast allgemein angenommene Auffassung, daß ein reines Lavendelöl mindestens 30% Linalylacetat enthalten soll und bei niedrigem Estergehalt nicht fast inaktiv