

erhebe, die aber nicht oft genug wiederholt werden kann. Bei den innigen, fast möchte ich sagen, symbiotischen Wechselbeziehungen zwischen Ingenieur und Chemiker in der industriellen Chemie ist zur Förderung des gegenseitigen Verstehens anzustreben, daß der Chemiker auch auf den Universitäten Gelegenheit findet, in die Geisteswelt des Ingenieurs tiefer einzudringen, und daß der zukünftige Ingenieur chemisch denken und fühlen lernt. [A. 117.]

Über die Reinigung von Quecksilber.

Von C. HARRIES.
(Eingeg. 27.6. 1921.)

In den Lehrbüchern wird meistens das Verfahren von Lothar Meyer zur Reinigung von metallischem Quecksilber als einzige Methode angeführt. Sie besteht darin, daß man durch ein mit verdünnter Salpetersäure beschicktes langes Rohr Quecksilber in dünnem Strahl fallen läßt.

Ich habe seit vielen Jahren, namentlich für Reinigung größerer Mengen, die Oxydation mit Luft vorgezogen, denn man kann sich überzeugen, daß ein nach der Methode von L. Meyer sogar mehrfach behandeltes Quecksilber beim Durchleiten von Luft unter Erwärmung mitunter noch recht erhebliche Abscheidungen von oxydierten Fremdmetallen ergeben kann. Die Form der Luftoxydation aber, wie sie von Riesenfeld¹⁾ und von Kraemer und Schrader²⁾ für kleine Mengen empfohlen wurde, ist auch aus dem Grunde nicht zweckmäßig, weil sie nicht das andauernde Erwärmen gestattet, welches bei größeren Quantitäten notwendig erscheint.

Die Veranlassung zur Ausarbeitung meiner Methode fand ich im Jahre 1891 als Hofmannscher Assistent. Hofmann brauchte zu seinen zahlreichen volumetrischen Vorlesungsexperimenten viel und reines Quecksilber. Eines Tages hatte der alte Diener, ein Muster von Borniertheit, das gesamte Quecksilber wahrscheinlich durch Blei und Zinn derart verunreinigt, daß es überall an den Wänden der Glasgefäße hängen blieb. Alles Schimpfen half nichts, es mußte schleunigst eine Reinigung gefunden werden. Das Lothar Meyersche und das Brühlsche (Chromsäure) Verfahren versagte vollständig, ebenso die Vakuum-Destillation nach V. Meyer. Da teilte mir der alte Amerikaner Dr. Mahla, der damals im Hofmannschen Laboratorium arbeitete, mit, daß man in U. St. N.-A. technisch das Quecksilber durch Luft reinige. Gesagt, getan; ich wandte die in folgendem beschriebene Apparatur an und war bald in der Lage, die gesamte, an die 150 kg betragende Menge Quecksilber wieder ohne große Verluste so rein zu erhalten, wie sie zu den Vorlesungszwecken benötigt wurde.

Man füllt das zu reinigende Material in je einen Rundkolben von 1 Liter Inhalt etwa zur Hälfte ein, setzt einen doppelt durchbohrten Gummistopfen auf und führt ein Glasrohr auf 1 cm bis unter die Oberfläche des Quecksilbers, während das andere kürzere Glasrohr zum Ansaugen der Luft mittels einer Wasserstrahlpumpe dient.

Den Kolben setzt man auf ein Sandbad und erwärmt ihn auf etwa 150° (Fig. 1). Das Ganze stellt man in einen großen hölzernen

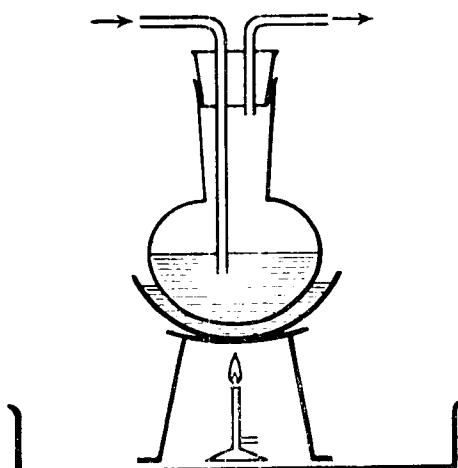


Fig. 1.

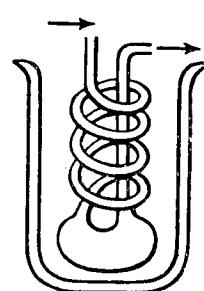


Fig. 2.

Kasten, damit das Quecksilber gerettet wird, falls der Kolben durch irgendeinen Zufall zerspringen sollte.

Die Abscheidung des oxydierten verunreinigenden Metalls erfolgt zuerst schnell, später langsamer, oft nach mehreren Stunden — man muß häufiger umschütteln. Am Ende der Oxydation filtriert man die Oxydschicht ab und prüft durch nochmalige Wiederholung der Luftoxydation, ob auch keine graue Abscheidung mehr entsteht. Die Gefahr, daß das Quecksilber selbst oxydiert wird, scheint unter den

¹⁾ Anorg. chem. Practicum, 2. Aufl., Leipzig 1910, S. 166.

²⁾ A. Öderhalden, Handbuch d. biol. Arbeitsmethoden 1920, Abt. I, Heft 1, S. 64.

von mir gewählten Bedingungen nicht groß zu sein. Größer ist die Gefahr, daß sehr fein verteiltes Quecksilber in der Oxydschicht eingeschlossen bleibt, deshalb schüttelt man zum Schluß mit konzentrierter Salzsäure durch, wäscht ordentlich nach und trocknet durch Erwärmen auf 150° in einer flachen Schale unter Röhren.

Man muß beachten, daß bei dem Durchsaugen der Luft in den Literrundkolben Unterdruck³⁾ entsteht, wodurch Verluste an Quecksilber durch Verdampfen auftreten. Um diese zu verhindern, kann man eine stark gekühlte Vorlage, den „Entenschlangenkühler“ (Fig. 2) zwischen Pumpe und Reaktionsgefäß einschalten.

Das Vakuum vermeidet man aber, wenn man statt die Luft durch das Quecksilber durchzusaugen, Druckluft hindurchpreßt, diese ist aber nicht in allen Laboratorien vorhanden. Der Apparat würde sich dadurch nur insoweit ändern, als man das Einleitungsrohr bedeutend tiefer in das Quecksilber einmünden lassen kann, wodurch sich auch eine stärkere Durcharbeitung des Metalls erzielen läßt.

Ich bemerke noch, daß meine Methode von E. Fischer in seiner Vorlesung Jahre hindurch demonstriert wurde.

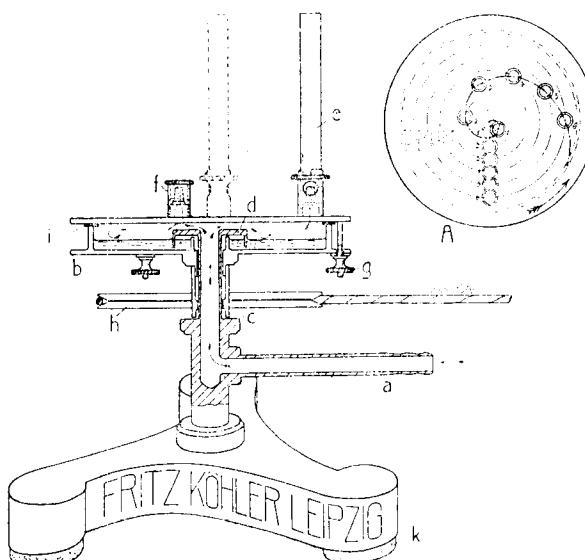
Will man das Quecksilber ganz rein haben, so rektifiziert man es nach dem Durchblasen der Luft im Vakuum, aber nicht in dem von V. Meyer angegebenen, sehr langsam wirkenden Destillationsapparat, sondern mit gewöhnlichen, mit Korkstopfen versehenen Fraktionskolben, die man zur Sicherung von außen mit dünnem Asbestpapier belegt. Die Dichtung der Stopfen läßt sich sehr gut mit Leim und Kreide oder auch Kreide und Sulfitzelluloseteer herstellen. [A. 146.]

Drehbrenner.

Von W. VON HEYENDORFF.
(Eingeg. 25.6. 1921.)

Wie in der Zeitschrift für angew. Chemie 34. Jahrg., Nr. 40, vom 20. 2. 21 von Georg Lockemann berichtet wird, ist für die angegebenen Zwecke (Veraschung org. Stoffe, Eindampfen starker Salzlösungen, Abrauchen von Schwefelsäure, Destillation leicht stoßender Flüssigkeiten usw.) schon eine Anzahl Drehkonstruktionen für Brenner im Gebrauche, die sich auch bewährt haben. — Die dort beschriebene Konstruktion hat jedoch Eigenarten, die ihren unbeaufsichtigten Betrieb nicht immer räthlich erscheinen lassen. Dies ist einmal die Notwendigkeit, daß der Gasbeschluß die Bewegung zum Teil mit ausführen muß, andererseits die auf dem Triebrade verstellbare Brennerbefestigung, die im Hinblick auf den Widerstand des Schlauches auf die Dauer nicht einwandfrei erscheint. — Eine Konstruktion, die beides vermeidet, sei hier beschrieben.

Das Brennerzuführungsrohr a dient gleichzeitig als Achse einer darauf beweglichen Trommel b, die auf dem Zapfen c beweglich aufliegt. Die Trommel ist unterhalb mit dem Schnurrad d verbunden. Eine Schlußkapsel im Innern der Trommel verhindert ein Abspringen der Trommel während der Rotation und dient gleichzeitig mit ihrem in der Sperrflüssigkeit d (Glyzerin) eintauchenden Rand zur Ab-



sperrung des eintretenden Gases. Im oberen Deckel der Trommel sind spiralartig angeordnet (Fig. A) sechs Düsen für Brenner, die außer Gebrauch durch einschraubbare Deckel verschlossen sind. Je nach der Größe der zu erhitzenen Schale u. dgl. werden in die Düsen ein oder mehrere Brenner eingeschraubt. Die Brenner können auch mit Aufsatzrohr als Schrägbrenner verwendet werden.

³⁾ Ich empfehle darum das Einleitungsrohr nicht tiefer als 1 cm in das Quecksilber einzutauchen. Ich habe mich überzeugt, daß die Menge des übergehenden Quecksilbers auch bei mehrstündigem Erhitzen bis 200° sehr gering ist, so daß die Einschaltung des Entenschlangenkühlers praktisch nicht unbedingt nötig ist.