

verringert. Auch reine zweiprozentige Bichromatlösung wirkte bei einer Badedauer von 5—10 Minuten ähnlich günstig. Bei der Verwendung der sauren Mischungen waren anfänglich ab und zu Mißfolge zu verzeichnen, wohl weil die Chromsäure nicht immer ganz leicht zu entfernen ist. Jedenfalls wird aber die Zerstörung der Schleierkeime innerhalb einer noch nicht gegossenen Emulsion durch Chromsäure Schwierigkeiten machen, weil die Auswaschung hier noch viel mehr erschwert ist als bei fertigen Platten. In dieser Beziehung arbeitet das Verfahren mit Paraphenylendiamin sicherer, aber es hat, wie gesagt, den Nachteil, daß man je nach der Art der Emulsion und der individuellen Eigenart ihres Schleiers die Vorschrift manchmal erheblich modifizieren muß. Man kann also, wenigstens vorläufig, kein allgemein gültiges Rezept angeben. Diese unzuverlässige unberechenbare Wirkung beruht nun aber offensichtlich darauf, daß zwischen Schleier und Schleier ein Unterschied besteht, und dies führt zur Diskussion der Frage: Was ist denn eigentlich der latente Schleier?

Rein chemisch betrachtet ist der Schleier wohl immer Silber, ebensogut wie die Substanz des latenten Bildes, aber ebenso wie dieses infolge seines hohen Dispersitätsgrades und seiner mit einer Adsorption verbundenen Verteilung innerhalb des Bromsilberkornes Reaktionen liefert, die wir im allgemeinen bei „freiem“ Silber nicht beobachten, so ist auch das Silber des Schleiers nicht einheitlicher Natur im dispersoidchemischen Sinne.

Lassen wir vorläufig einmal die speziellere Reaktion des Schleiers außer Acht und wenden uns den immerhin doch sehr nahe verwandten Reaktionen des latenten Lichtbildes zu, so werden die Verhältnisse etwas leichter übersehbar. Wir nehmen also Schichten, die (praktisch) keinen latenten Schleier besitzen, wie etwa wenig gereifte Bromsilber-Diapositivplatten. Auf diesen wird die Zerstörung des latenten Lichtbildes durch die schwach saure Phenylendiaminlösung sehr viel weiter getrieben als durch verdünnte Chromsäure. Anderseits aber wird noch verhältnismäßig hochdisperse reines Silber (kolloides Silber nach Carey Lea in Gelatine emulgiert) durch verdünnte Chromsäurelösung (die oben angegebene Mischung auf das 20fache verdünnt), in wenigen Sekunden ausgebleicht, während die Phenylendiaminlösung hierbei überhaupt keine direkt sichtbare Wirkung erkennen läßt. Die abschwächende Wirkung einer bromsalzbaltigen Lösung von p-Phenylendiamin auf das latente Bild erweist sich auch als wesentlich stärker als die einer gleich zusammengesetzten Mischung mit Chinon, das bekanntlich in Gemeinschaft mit Bromkalium das Negativsilber direkt in Bromsilber überführt und deshalb sogar als Negativabschwächer empfohlen wurde. Phenylendiamin mit Bromsalz zusammen sind aber auch in diesem Falle wirkungslos. Verwandte Fälle wurden schon vor vielen Jahren<sup>8)</sup> sowohl beim Negativentilvergängen rückstand, wie beim direkt sichtbaren und latenten Bilde von mir beobachtet: In all diesen Fällen gelang eine Zerstörung dieser an sich gegen Oxydationsmittel recht beständigen Adsorptionsverbindungen mit Leichtigkeit, wenn außer dem Silberlösungsmittel noch ein geeignetes Agens vorhanden war, das das adsorbierte oder adsorbierende Halogensilber usw. zu lösen und damit dessen Schutzwirkung aufzuheben imstande war.

Die zerstörende Wirkung oxydierender oder halogenisierender Agens auf das latente Lichtbild läuft also durchaus nicht mit ihrer Wirkung auf freies Silber parallel, sondern die bildkeimzerstörende Wirkung ist in noch höherem Grade als von dem Oxydationspotential des eigentlichen Silberlösungsmittels davon abhängig, daß die Keime durch eine geeignete Adsorptionsverdrängung auch genügend isoliert und dadurch reaktionsfähig werden.

Anderseits ist nun aber natürlich ein keimisolierendes Agens ohne Wirkung auf „freies“ Silber, und die Mischungen von Farbstoffen usw. mit schwachen Säuren oder Halogensalzen greifen daher auch das Silber nicht an, wenn es nicht genügend mit Halogensilber sozusagen verdünnt ist. Dieser für eine Zerstörung durch derartige Agens ungünstige Fall mag nun unter Umständen beim latenten Schleier vorliegen. Deuten auch einige normale Schleierreaktionen darauf hin, daß der Schleier wenigstens zum Teil wohl ebenso leicht einem chemischen Angriff zugänglich ist wie ein Teil des latenten Bildes, so kann man sich doch vorstellen, daß nach der Beendigung oder Übertreibung des Reifungsprozesses, besonders in Gegenwart des bromsilberlösenden Ammoniaks, das Reduktionskeimsilber sich zum Teil auch außerhalb des eigentlichen Adsorptionsbereiches des Bromsilbers, also mehr in „freiem“ Zustande, vorfindet. Es ist natürlich unmöglich, in einer bestimmten Emulsion derartige Verhältnisse vorher irgendwie zu übersehen, es scheint mir aber, daß man das erwähnte abweichende Verhalten verschiedener Emulsionen gegen

die Entschleierung durch Phenylendiamin auf diese Weise wenigstens dem Verständnis näherbringen kann.

Als sekundäre latenten Schleier kann man diejenige Veränderung des Bromsilbers bezeichnen, die erst nach einer Behandlung mit gewissen chemischen Agenzien zu einer Entwickelbarkeit führt. Solcher Substanzen gibt es eine große Anzahl: Wasserstoffsuperoxyd, Ozon, sowie Terpene, überhaupt alle Körper, die  $H_2O_2$  bilden. Auch die photechische Reaktion gehört hierher. Sehr empfindlich ist die Reaktion auf basische Farbstoffe: von Methylenblau und Janusgrün genügen Lösungen 1 : 1 000 000, um eine Platte zu verschleieren. Auch manche Schwermetallsalze erzeugen in nicht allzu großer Konzentration chemischen Schleier<sup>9)</sup>, ebenso Alkalineutral-salze, wenn man gewisse Platten mit konzentrierteren Lösungen entzuckt<sup>10)</sup>. Bei einzelner dieser Schleierreaktionen spielt wieder die Art der Emulsion eine große Rolle. So scheinen saure Siede-emulsionen durch Säuren nicht verschleiert zu werden, sie erlangen diese Fähigkeit aber, wenn man sie kurz mit Ammoniak oder Pottaschelösung nachbehandelt<sup>11)</sup>. Voraussetzung für die meisten derartiger sekundärer Schleierreaktionen scheint das ursprüngliche Vorhandensein von Reduktionskeimen in der Schicht zu sein; die Schleierbildung erfolgt bei ganz ungereiften Schichten meist überhaupt nicht und bleibt auch aus, wenn man die hochgereiften Schichten mit Silberlösungsmittern von den ursprünglichen Keimen befreit. Auch von mancherlei anderen noch unbekannten Bedingungen sind einige derartiger sekundärer Schleierreaktionen abhängig. So entdeckte ich die verschleiernde Wirkung von Kaliumoxalat und anderen Neutralsalzen (die von Bromsalzen ist besonders interessant!), schon vor einer Reihe von Jahren<sup>12)</sup>, habe sie dann oftmais nicht reproduzieren können, neuerdings aber bei zahlreichen selbst hergestellten Emulsionen wieder gefunden. Wenn es sich in diesem speziellen Falle um eine Koagulation von Schleierkeimen handeln sollte, wie ich es angenommen habe, so wäre das abweichende Verhalten verschiedener Schichten wohl verständlich, da die Schutzwirkung des Bindemittels je nach dem Verlaufe des Reifungsprozesses gewiß wohl verschieden sein kann.

[A. 198.]

## Über die Verwendung von Filterplatten aus gesintertem Glas im Chemischen Laboratorium.

Von GUSTAV F. HÜTTIG, Jena.

Vorgetragen auf der Herbstversammlung des Vereins deutscher Chemiker in Jena am 29. September 1923 in der Sitzung der Fachgruppe für anorganische Chemie, gemeinsam mit der Fachgruppe für analytische Chemie und für chemisch-technologischen Unterricht.

(Eingeg. 5./10. 1923.)

Bei der Ausarbeitung einiger analytischer Methoden, bei welchen Fällung, Filtration und Wägung in gleichem Gefäß vorgenommen werden, erwies es sich als notwendig, Filtrationsmaterialien ausfindig zu machen, die in bezug auf Filtrationsfähigkeit und -geschwindigkeit, mechanische Festigkeit, chemische und thermische Widerstandsfähigkeit und einige andere Eigenschaften gewissen Mindestanforderungen genügen. Hierbei ergaben sich vor allem drei Materialien, deren Verwendungsmöglichkeit für Filtrationszwecke im chemischen Laboratorium geprüft werden mußte: das größtenteils aus reiner Kiesel säure bestehende Gurocel der „Hansa“-Filterwerke in Haiger, allenfalls auch ein ähnliches Material der Filterstein- und Filterfabrik Wilhelm Schuler in Isny (Württemberg), ferner poröse Glasplatten aus chemisch hoch resistentem Glas, und schließlich filtrierende Tiegel ausporösem Porzellan, die in allerneuester Zeit von der Staatslichen Porzellanmanufaktur in Berlin dargestellt werden.

Es soll an dieser Stelle vorerst nur über poröse Filterplatten aus gesintertem Glas berichtet werden, wie sie von den Jenaer Glaswerken Schott und Gen. in der letzten Zeit durch Zusammensintern von mehr oder minder fein gepulvertem und gesiebtem Glasher gestellt werden. Wenn auch diese erstmalig von Herrn Dr. Herrschkowitzsch bei den Carl-Zeiss-Werken in Jena dargestellten Glasfritten für andere als chemische Laboratoriumszwecke erzeugt wurden, so scheint mir doch hier ein Filtrationsmaterial vorzuliegen,

<sup>8)</sup> Phot. Industrie 1922, Nr. 33.

<sup>9)</sup> Phot. Industrie 1913, Nr. 50; Phot. Korr. 1916, S. 232.

<sup>10)</sup> Vgl. hierzu die Arbeit von W. Frankenburg: „Über die spektrale Empfindlichkeit des Bromsilbers u. ihre Beeinflussung durch adsorbierte Stoffe“ Ztschr. f. phys. Chem. 105, 273—328; ferner: K. Fajan u. W. Frankenburg: „Über die Besetzungsichte bei der Adsorption von Silberionen durch Bromsilber“ Ztschr. f. phys. Chem. 105, 225—272.

<sup>11)</sup> Phot. Industrie 1913, Nr. 50.

auf dessen Anwendungsmöglichkeit im chemischen Laboratorium ein erhöhtes Augenmerk gerichtet werden muß. Das Eingehen auf diese Anregung bis zu einer fabriksmäßigen Ausarbeitung ist vor allem Herrn Dr.-Ing. Prausnitz bei den Glaswerken Schott u. Gen. zu danken. Die damit angestellten Versuche, über die hier berichtet wird, sind größtenteils von Herrn Dipl.-Ing. Schmitz in Gemeinschaft mit mir ausgeführt.

Es werden Filterplatten aus dem chemisch sehr resistenten Jenaer Geräteglas, aus dem gegen jähre Temperaturunterschiede widerstandsfähigen Supraxglas, aus dem leicht verschmelzbaren Normalglas und aus dem die chemisch wirksamen Strahlen zurückhaltenden braunen Fiolaxglas hergestellt, ferner Filterplatten von 6 verschiedenen Porenweiten, schließlich Filterplatten in verschiedener Größe (7 mm die kleinsten, 115 mm die größten).

Die Glasplatten lassen sich mit den gleichartigen Glassorten zu einheitlichen Stücken verschmelzen, so daß man auf diese Weise Glastiegel mit filtrierenden Böden, Glasnutschen, Glasfilter u. a. m. erzeugen kann.

Es werden Glastiegel mit filtrierenden Böden (Fig. 1), Nutschen (Fig. 2) und sonstige verschiedenartig geformte Filter von verschiedenem Rauminhalt, aus verschiedenem Glas und mit verschiedenen porösen Filterplatten hergestellt. Jedes Stück trägt die Bezeichnung des Glases, aus dem es hergestellt ist (G = Jenaer Geräteglas, N = Normalglas, S = Supraxglas, F = Fiolaxglas) und



Fig. 1  
(etwa  $\frac{1}{2}$  nat. Größe).



Fig. 2  
(etwa  $\frac{1}{2}$  nat. Größe).

dahinter die Angabe über die Porenweite, die durch die Zahl 2—3, 3—4, 4—5, 5—6, 6—7 und <7 gegeben ist, wobei die Angabe 2—3 das größtporige, die Angabe <7 das feinstporige Material kennzeichnet. Allenfalls folgt noch eine Angabe über die Dicke der filtrierenden Platten ausgedrückt in Millimetern.

Einer Anwendung dieser Materialien im chemischen Laboratorium mußte vorangehen: eine Prüfung ihrer Angreifbarkeit durch Wasser, Säuren und Laugen, der Auswaschbarkeit von Salzlösungen aus den Poren, der Widerstandsfähigkeit und Gewichtsunveränderlichkeit beim Erhitzen, der Trocknungsgeschwindigkeit, der hygroskopischen Eigenschaften, der Durchlaufs- und Filtrationsgeschwindigkeit und schließlich der Filtrationsleistung in bezug auf das Herausholen verschieden feiner Suspensionen aus einer Flüssigkeit. Hierbei war es notwendig, bei den bisher im chemischen Laboratorium in Verwendung stehenden Materialien diese Eigenschaften zu Vergleichszwecken in gleicher Weise zu bestimmen.

**Angreifbarkeit durch Wasser:** Leitet man durch einen Glastiegel von der gewöhnlichen Form (Rauminhalt etwa 25 ccm) 1000 ccm Wasser bei Zimmertemperatur hindurch oder läßt man ihn 5 Wochen in einem Liter destillierten Wasser liegen, so ist die Gewichtsabnahme bei Geräteglas bei allen Porenweiten kleiner als 0,1 mg, bei Supraxglas 0,2 mg. **Angreifbarkeit durch Salzsäure:** Saugt man 100 ccm verdünnte Salzsäure von 80° C durch diesen Tiegel hindurch, so ist die Gewichtsabnahme kleiner als 0,3 mg. **Angreifbarkeit durch konz. Ammoniak:** Läßt man den Tiegel eine Zeitlang in 100 ccm konz. Ammoniak stehen, saugt sie dann bei Zimmertemperatur durch den Tiegel hindurch und wäscht mit Wasser nach, so ist die Gewichtsabnahme bei Geräteglas kleiner als 0,3 mg, bei Supraxglas kleiner als 0,4 mg. **Angreifbarkeit durch Natronlauge:** Die Behandlung des Tiegels war dieselbe wie bei konz. Ammoniak, jedoch die Temperatur etwa 80° C. Die Gewichtsabnahme betrug bei Geräteglas von grober Porenweite (G 2—3) 8 mg, bei feiner Porenweite (G 5—6) 11 mg, bei Supraxglas (S 4—5) 49 mg, bei dem in gleicher Weise behandelten Bruncktiegel 6,4 mg. **Verhalten gegen Salzlösungen (Auswaschbarkeit):** Der Tiegel wurde mit einer 10%igen Bleinitratlösung angefüllt und diese dann durchgesaugt und mit 100 ccm Wasser nachgewaschen. Es wurde bei den Tiegeln aus Geräteglas eine Gewichtsabnahme von 0,3 mg festgestellt. **Verhalten beim Erhitzen:** Ein bei 150° zur Gewichtskonstanz getrockneter Geräteglastiegel verliert bei erstmaligem Erhitzen im elektrischen Tiegelofen auf 400° etwa 0,5 mg an Gewicht. Bei weiterem Er-

hitzen auf 600° wird diese Abnahme kaum vergrößert, jedoch tritt die Gefahr des Springens ein. Der Bruncktiegel zeigt zumindest dieselben Abnahmen. Tiegel aus Supraxglas zeigen eine Gewichtsabnahme von etwa 1,5 mg. Ein Erhitzen dieser Tiegel auf 600° ist wegen des dabei auftretenden Erweichens des Glases unzulässig. **Trocknungsgeschwindigkeit:** Alle Glastiegel erreichen sowohl beim Erhitzen auf 110° als auch auf 100° bereits in den ersten 10 Minuten die Gewichtskonstanz. Ein in gleicher Weise trocknender Goochtiegel benötigt zur Gewichtskonstanz 10—40 Minuten. **Prüfung der hygroskopischen Eigenschaften:** Ein Geräteglastiegel G 5—6, ein Supraxtiegel S 4—5, ein Normalglastiegel N 4—6, ferner ein Bruncktiegel und ein Goochtiegel mit Asbestfüllung (alle Tiegel mit dem ungefähren Gewicht von 15 g) wurden eine Stunde bei 200° getrocknet und dann im Exsikkator in gleicher Weise erkalten gelassen. Läßt man die Tiegel an der Luft stehen, so zeigen alle Materialien einen Gewichtszuwachs der für die einzelnen unter gleichen Bedingungen beobachteten Fälle durch nachfolgende Zahlen gegeben ist.

Die seit dem Heraus- holen aus dem Exsik- kator verflossene Zeit	Gewichtszunahme in Milligramm				
	G 5—6	S 4—5	N 4—6	Bruncktiegel	Goochtiegel
2 Min.	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1
3 "	0,1	0,6	0,1	0,2	0,2
5 "	0,2	0,8	0,2	0,3	0,6
10 "	0,3	1,6	0,5	0,4	1,2
30 "	0,3	2,0	0,5	0,6	2,4
1 Std.	0,3	2,1	0,6	0,6	3,4
2 "	0,3	—	0,6	0,6	4,2
6 "	0,3	2,2	0,7	0,6	4,9
24 "	0,3	2,4	0,5	0,6	5,2

**Durchlaufgeschwindigkeit von Wasser:** Die Anzahl Minuten, die notwendig ist, um eine Tiegelfüllung unter dem Druck der Wasserstrahlpumpe ablaufen zu lassen, ist eingeklammert hinter der betreffenden Tiegelbezeichnung angegeben: Geräteglas 2—3 Dicke 2 mm (1), Geräteglas 5—6 Dicke 2 mm (5), Bruncktiegel (4). Die Filtrationsleistung wird während des Vortrages an der Filtration einer Nickeldimethylglyoximfällung und einer frisch bereiteten Bariumsulfatfällung vorgezeigt. Bevor bei der Filtration die Suspension auf das Filter gebracht wird, wird das Filter etwas angefeuchtet. Die Saugung wird erst dann angesetzt, wenn der Niederschlag sich abzusetzen beginnt. Man wird es namentlich zu Beginn vermeiden, die Saugung so stark anzusetzen, daß das Filtrat im vollen Wasserstrahl abläuft.

Es soll nun auf Grund dieser Vorversuche die Anwendungsmöglichkeit dieser Filter in einzelnen Gebieten der Laboratoriumschemie beleuchtet werden.

Die größten Anforderungen an die Filtrationsmaterialien stellt naturgemäß die quantitative analytische Chemie. Hier, wie überhaupt allgemein in der analytischen Chemie, wird wohl ausschließlich Geräteglas mit den feinsten Porenweiten (5—6 oder 6—7 oder noch feiner) zur Anwendung gelangen. Die Anwendungsmöglichkeit dürfte lediglich dadurch beschränkt sein, daß es nicht möglich ist, die filtrierten Niederschläge zu glühen. Die Unmöglichkeit, Lösungen starker Alkalien zu filtrieren, dürfte angesichts der heute ohnehin für den Glasgebrauch zugeschnittenen analytischen Methoden kaum praktisch eine Rolle spielen. Das mögliche Anwendungsgebiet liegt also dort, wo man derzeit Goochtiegel verwendet. In dieser Richtung gebe ich aber den Glastiegeln unbedingt den Vorzug. Bei ungefähr gleicher Filtrationsleistung geht die Filtration rascher, die Trocknungsgeschwindigkeit ist größer, die Gewichtsveränderung an der atmosphärischen Luft bedeutend geringer, das Vorbereiten des Goochtiegels, namentlich auch die zeitraubende Reinigung des Asbestes und die Willkür in der Wahl der Schichtdicke fallen weg.

Wir haben bisher in einer größeren Zahl von Fällen die Bestimmung des Silbers als Chlorsilber, des Nickels als Nickeldimethylglyoxim, des Quecksilbers als Sulfid und als Quecksilber(1)-chlorid, des Wismuts als Sulfid, des Antimons als Sulfid (wozu besondere Antimonröhren verwendet wurden), und der Phosphorsäure als  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{MoO}_3$  vorgenommen und hierbei gute Resultate erzielt. Hierzu soll noch bemerkt werden, daß eine große Anzahl von Niederschlägen, die derzeit auf Papierfiltern filtriert wird, zwecks Veraschung des Papiers gebrannt werden müssen, ohne daß der Niederschlag selbst eine solche Behandlung erfordert würde.

In der qualitativen analytischen Chemie kann die Verwendung der Glasfilter eine große Zeitsparnis, eine Verminderung der Substanzverluste während des Ganges bei einer reichlicheren Handhabung der Niederschläge bedeuten. Da eine Angreifbarkeit des Filters selbst durch heißes Königswasser gar nicht in Frage kommt, erfolgt die Trennung des im Niederschlage sich befindlichen Gemenges durch Herauslösen der einzelnen Bestandteile.

auf dem Filter selbst. Man kann die Flüssigkeit, die zum Herauslösen eines Teiles des Niederschlages verwendet wird, ebenso wie später das Waschwasser beliebig lange mit dem Niederschlag in Berührung halten und so eine Dekantation auf dem Filter selbst vornehmen. Das Auswaschen oder das Herauslösen der Niederschläge erfolgt mit weniger Waschwasser oder Lösungsmittel viel gründlicher als etwa auf dem Papierfilter, da das gesamte Waschwasser oder Lösungsmittel stets durch den gesamten Niederschlag hindurchgesaugt wird, und jedesmal in kurzer Zeit bis zur Lufttrockene abgesaugt werden kann. Das Abklatschen der größeren Niederschlagsmengen oder das Einsenken geringer Niederschlagsmengen samt dem Papierfilter in das Lösungsmittel, durch welches das Papier angegriffen wird, wird hier völlig vermieden.

Es wird als Beispiel die qualitative Trennung einiger Metalle der Schwefelwasserstoffgruppe in der in Fig. 3 abgebildeten Anordnung (Filter <7) vorgezeigt.

Sehr groß sind die Verwendungsmöglichkeiten der Glasfilter auf dem Gebiete der präparativen Chemie. Bezeichnend für die Weite des Anwendungsbereiches ist die Filtration von Huminsäure, wie sie Prof. Eller aus einer aus Chromsäure und konzentrierter

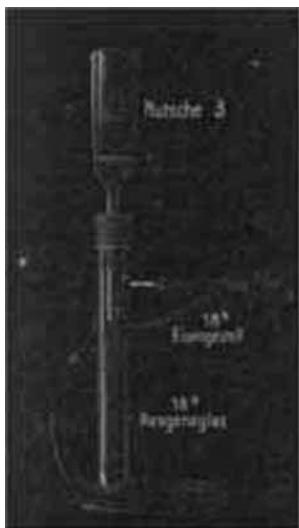


Fig. 3  
(etwa  $\frac{1}{3}$  nat. Größe).



Fig. 4  
(etwa  $\frac{1}{3}$  nat. Größe).

Schwefelsäure bestehenden Flüssigkeit vorgenommen hat. Eine größere Anzahl von Präparaten sind im hiesigen anorganischen Praktikum unter Verwendung von Glasfiltern ausgeführt worden. Vielfach sehr wesentlich ist hier auch der Umstand, daß man diese Glasfilter durch Glasverschmelzung ohne weiteres mit anderen Glasapparaten verbinden kann.

Es wird eine Anordnung vorgezeigt, die es gestattet, Fällung und Filtrationen im gleichen Raum, bei beliebig regelbarer Temperatur und unter irgendeinem freigewählten Gas vorzunehmen. Durch Überführen des Filters mit dem Präparat in einen H. Meyer'schen Exsikkator kann dann die Trennung ebenfalls bei beliebiger Temperatur unter freigewähltem Gas oder auch im Vakuum erfolgen. Auch die Filtration von Quecksilber ist ausführbar, ferner ein „umgekehrtes Filtrieren“, indem die trübe Flüssigkeit durch eine Pipette vorgesetztes Glasfilter in die Pipette suspensionsfrei eingesaugt wird, ebenso eine Filtration ohne Saugung (Fig. 4).

Auch über die bisher gestreiften Anwendungsmöglichkeiten hinaus besteht eine Reihe von Anwendungsmöglichkeiten: So als Diaphragma bei elektro-chemischen Arbeiten, als Soxhlet-Filter bei Extraktionen, worüber Herr Dr. Prausnitz gesondert in der Fachgruppe für Organische Chemie berichtet, als Gasfilter u. a. m. Ferner liegt die Möglichkeit, die filtrierten Niederschläge direkt mit dem Filter einzuschmelzen, auch eine Verwendung bei Schiedsanalysen und in der gerichtlichen Chemie nahe.

Es wird ein Soxhlet-Apparat mit Glasfilter vorgezeigt, ferner eine Anordnung, die ein Einschmelzen des filtrierten Präparates ermöglicht.

Alles in allem genommen bin ich der Ansicht — selbst wenn heute noch nicht übersehen werden kann, wieviel von den angeregten Verwendungsmöglichkeiten sich einbürgern werden, und was an brauchbaren Vorschlägen neu hinzukommt —, daß dieses Filtrationsmaterial eine ganze Reihe von Verbesserungen in der Experimentaltechnik des chemischen Laboratoriums mit sich bringen kann.

Von großer Bedeutung für die hier behandelten Fragen ist es, daß die Staatliche Porzellanmanufaktur in Berlin sich

in der allerletzten Zeit mit dem Problem der Verwendung von filtrierendem Porzellan für Laboratoriumszwecke mit Erfolg befaßt hat. Es soll schon hier gesagt werden, daß es sich um ein sehr aussichtsreiches Material handelt. Die Ergebnisse von Untersuchungen (die in einzelnen Punkten derzeit noch ergänzt werden) über die dabei in Frage kommenden Eigenschaften und Anwendungsbereiche sollen demnächst zur Veröffentlichung gelangen. Sehr wahrscheinlich ist es, daß sich auf diesem Gebiete Porzellan und Glas in ähnlich glücklicher Weise ergänzen werden, wie es bis jetzt bei den übrigen Laboratoriumsgeräten der Fall ist.

Es werden Porzellantiegel mit gleichfalls aus Porzellan bestehenden porösen Böden in drei verschiedenen Größen oder Formen vorgezeigt und eine Filtration von Eisenhydroxyd ausgeführt. Da diese Tiegel ohne Gewichtsverlust geglüht werden können, eignen sie sich sehr gut für die quantitative chemische Analyse.

[A. 190.]

## Ein neuer Soxhlet'scher Extraktionsaufsatz.

Von Dr.-Ing. PAUL H. PRAUSNITZ, Jena.

Aus dem Laboratorium des Jenaer Glaswerks Schott u. Gen. in Jena.

(Eingeg. 29/10. 1923.)

Bei einer Reihe von Versuchen auf anderem Gebiet wurden vom Jenaer Glaswerk Schott u. Gen. Filterplatten aus gefrittetem oder gesintertem Glase hergestellt. An der Ausbildung dieser neuartigen Körper waren insbesondere beteiligt die Herren Dr. Herschkowitz und Dipl.-Ing. Grossmann, deren aus der Zeit vor dem Kriege stammende Versuche im vergangenen Jahre von Letzteren wieder aufgenommen wurden. Die vielseitige Anwendung dieser Filterplatten wurde durch eine Ausstellung im Glaswerk den Teilnehmern der Tagung des Vereins deutscher Chemiker vorgeführt. In der Fachgruppe für anorganische Chemie spricht Herr Prof. Hüttig eingehend über die Anwendungen dieser Filterplatten in der chemischen Analyse.

Mit der Ausgestaltung dieser Arbeiten betraut, kam der Vortragende auf den Gedanken, derartige Filterplatten aus gesintertem Glase in den Soxhletschen Extraktionsaufsatz einzubauen, in dem man bisher Hülsen aus dichtem Papier zur Aufnahme des Extraktionsgutes verwendet hatte. Der Vorteil der Glasfilterplatten besteht darin, daß man diese in Gefäße aus demselben Glasmaterial jeweils vollkommen fest und dicht einschmelzen kann; die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Filterplatte und des Glases stimmen überein, und man hat den besonderen Vorteil, die ganzen Vorgänge mit dem Auge beobachten zu können. Wenn man nun eine derartige Filterplatte, welche zweckmäßig schwach nach unten gewölbt ist, etwa am unteren Viertel eines Soxhlet-Aufsatzes einschmilzt, so sickert, nach Einfüllen des Extraktionsgutes, das Kondensat der Extraktionsflüssigkeit gleichmäßig durch das ganze Extraktionsgut und durch das Filter hindurch und sammelt sich im unteren Raume an; es steigt dann, Filter- und Extraktionsgut überflutend, auch im oberen Teil des Aufsatzes in die Höhe, bis es in bekannter Weise den Überlaufheber in Tätigkeit setzt. Damit dieser Vorgang eintreten kann, muß aber an einem solchen neuartigen Aufsatz ein drittes Rohr vorhanden sein, das unten unmittelbar unter der Filterplatte und oben in Höhe des weiten Dampfrohres in den eigentlichen Aufsatz einmündet. Damit das Kondensat durch die Filterplatte in den unteren Teil des Aufsatzes eintreten kann, dient dieses dritte Rohr zum Druckausgleich oder zur Entfernung der verdrängten Luft.

Für verschiedene feine Körnungen des Extraktionsgutes kann man Filterplatten von weitgehend verschiedener Porenweite auswählen. Für jede derartige Filterplatte ist dann natürlich ein eigener Extraktionsaufsatz notwendig. Bei vielen Serienarbeiten wird man allerdings immer mit derselben Korngröße der Filterplatte auskommen. In anderen Fällen kann man sich aber so behelfen, daß man ein gläsernes Rohr unten mit einer entsprechenden Filterplatte abschließt und diesen Filtertiegel als Ersatz der alten Papierhülse in einen gewöhnlichen Soxhlet-Aufsatz lose einsetzt. Man kann dann seine alte Soxhlet-Apparatur verwenden und nur jeweils für besondere Zwecke Glasfiltereinsätze von wechselnder Porenweite benutzen.

Durch die Verwendung derartiger Extraktionsaufsätze mit Glasfilterplatten wird die Benutzung der teuren Papierhülsen überflüssig; denn es liegt auf der Hand, daß die Glasfilter leicht zu reinigen und beliebig oft brauchbar sind. Diese haben aber außerdem den großen Vorteil, daß man mit ihrer Hilfe Flüssigkeiten für die Extraktion benutzen kann, welche Papier oder Cellulose angreifen. Vor Pukall-schen Röhren haben die Glasfilter den Vorteil größerer Durchlässigkeit