

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 ein einer 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 gebrüht 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. Hirschkowitz 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. Hütting eingehend über die Anwendungen dieser Filterplatten in der chemischen Analyse.

Mit der Ausgestaltung dieser Arbeiten betraut, kam der Vertragende 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-Extraktionsaufsatz 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

und völliger Durchsichtigkeit. Sie sind bisher vorteilhaft verwendet worden für Extraktionen mit Essigsäure und mit 20%iger Salzsäure, für welche andere Hülsen kaum in Frage kommen dürften. Sie sind aber natürlich ebenso zweckmäßig für alle üblichen organischen Fettlösungsmittel und für alle Arten von Arbeiten in der pharmazeutischen und Brennstoffchemie. [A. 212.]

## Über die Verwendung von Meßgefäß bei Wärmegraden, die von der Normalwärme abweichen.

Von Dr. G. BRUHNS, Charlottenburg.

(Eingeg. 10.9. 1923.)

Die teureren Preise der Glasgeräte für Meßzwecke in Laboratorien (Büretten, Pipetten, Kolben usw.) lassen es angebracht und lohnend erscheinen, auf einen nicht selten zutage tretenden Irrtum hinzuweisen. Man glaubt nämlich vielfach, derartige Geräte seien nur bei der auf ihnen angegebenen „Normalwärme“ mit ausreichender Genauigkeit verwendbar, falls man Umrechnungen vermeiden will. In Wirklichkeit kommt es aber auf die Angabe der Normalwärme selbst bei feineren chemischen Untersuchungen gar nicht an, wie eine einfache Überlegung zeigt, und es wäre deshalb besser, die Bezeichnungen „15°“, „15°“ od. dgl. auf Meßkolben, Pipetten und Büretten in Zukunft fortzulassen, um unnötige Besorgnisse bei deren Gebrauch zu vermeiden.

Der Irrtum, den ich im Auge habe, stammt offenbar noch von den Zeiten des „Mohrschen Liters“ her und hat sich in Köpfen, die zum Nachdenken über diesen Gegenstand keine Zeit oder Neigung haben, auf das „metrische Liter“ übertragen. Zwischen diesen beiden Einheiten ist jedoch ein grundsätzlicher Unterschied.

Das Mohrsche Liter ist eine von der Wärme stark abhängige Größe, denn es stellt den Raum vor, den 1 kg Wasser bei einer bestimmten Wärme einnimmt, die man die Normalwärme nennt. Da das Wasser sich bei der Erwärmung um 1° ungefähr um 0,02 % ausdehnt, so macht eine Abweichung der Wärme von 5° schon 0,1 %, eine selbst bei manchen gewöhnlichen Untersuchungen in Betracht kommende Größe aus. Es ist also nicht gleichgültig, ob für das Mohrsche Liter 15° oder 20° als Normalwärme angenommen werden: ein für 20° geeichtetes Mohrsches Liter ist ungefähr um 0,1 %, also 1 ccm, größer als ein für 15° geeichtetes, und somit sitzt bei dem Mohrschen Liter die Marke um so höher, je höher die Normalwärme ist, für welche es gilt. Ursprünglich eichte Mohr seine Geräte für 17,5° C (= 14° R), später fügte man jedoch noch 15° und 20° hinzu, so daß es hier nach eigentlich drei verschiedene Mohrsche Liter gibt.

Um dieser Verwirrung ein Ende zu machen, sowie die Gasmeßwerkzeuge mit den für Flüssigkeiten verwendeten in Übereinstimmung zu bringen, wandte man sich wieder dem „wahren Liter“ zu, welches man nie hätte verlassen sollen.

Das wahre Liter ist im Gegensatz zum Mohrschen Liter ein von der Wärme gänzlich unabhängiger Raum, und zwar gleicht es bekanntlich bis auf eine äußerst geringe Abweichung einem Kubikdezimeter. Von größter Wichtigkeit ist es für den Chemiker, sich diesen Satz einzuprägen, und man darf sich nur an ihn erinnern, um sich von den Unzuträglichkeiten des Mohrschen Liters zu befreien. Dies zeigt sich deutlich gerade in der Begriffsverwirrung, welche durch die nachfolgenden Bemerkungen bei denjenigen Chemikern, die ihr noch unterliegen, zu beseitigen mein Bestreben ist.

Praktisch kann der Raum des Liters natürlich nur durch eine Umgrenzung mit „Wänden“ festgelegt werden, und diese bestehen aus Stoffen, die sich durch die Wärme ausdehnen. Der Chemiker benutzt dazu fast ausschließlich Glasgefäß, und somit ist die Ausdehnung des Glases bei der Abgrenzung des wahren Liters zu berücksichtigen. Die Vereinfachung gegenüber dem Mohrschen Liter besteht also darin, daß wir nicht mehr von der Ausdehnung des Wassers und des Glases, sondern lediglich von der letzteren abhängig sind. Da die mittlere Verlängerung des Glases zu 0,0000085 für 1° angegeben wird, so berechnet sich die Raumvergrößerung zu 1,0000085 = 1,0000255, einer Zahl, die man unbedenklich auf 1,000025 abrunden kann, so daß für jeden Wärmegrad eine Ausdehnung des Glasgefäßes um  $\frac{1}{40000}$  in Betracht kommt. Diese Größe beträgt nur rund ein Achtel der für die Ausdehnung des Wassers angegebenen, und somit liegt in dem Übergang vom Mohrschen Liter zum wahren Liter ein Vorteil von sechs Achteln, denn das siebente Achtel gleicht sich bei dem Mohrschen Liter dadurch aus, daß die Ausdehnung des Glases im entgegengesetzten Sinne wirkt wie die des Wassers.

Setzen wir nun den Fall, daß in einem Glasgefäß, welches bei 15° genau ein wahres Liter faßt, eine abgewogene Menge Stoff (z.B. 6,3024 g = 0,1 Normalgewicht kristallisierte Oxalsäure) aufgelöst und zur Marke aufgefüllt wird, aber nicht bei 15°, sondern bei 20°. Die irrtümliche Meinung mancher Chemiker geht nun dahin, daß der hierdurch begangene Fehler 0,1 % betrage. In Wirklichkeit kommt aber natürlich nur die Ausdehnung des Glases in Betracht, und der Fehler beschränkt sich deshalb auf  $\frac{1}{40000} = \frac{1}{8000} = 0,0125\%$ , also eine Größe, die selbst für die feinsten chemischen Untersuchungen kaum noch eine Rolle spielt. Sogar in tropischen Ländern würde man sich bei einer Luftwärme von 28° erlauben können, die Auffüllung in demselben, für 15° genau stimmenden Literkolben vorzunehmen, denn der Fehler beläuft sich dann nur auf  $\frac{28-15}{40000} = \frac{1}{3075} = \text{rund } 0,03\%$ .

Wie hieraus ersichtlich, kann es bei Glasgefäßen, die nach dem wahren Liter geeicht sind, dem Chemiker auf eine Angabe der Normalwärme — falls es sich nicht um ganz ungewöhnliche Verhältnisse handelt — überhaupt nicht ankommen. Ob das Gefäß für  $\frac{15}{4}$ ,  $\frac{20}{4}$  oder  $\frac{28}{4}$  geeicht ist, bleibt sich für gewöhnliche chemische Arbeiten gleich, und diese Angaben rufen, wie mir die Erfahrung gezeigt hat, nur Verwirrung in den Köpfen hervor. Es wäre daher nach meiner Ansicht besser, sie fortzulassen und nur die Buchstaben „W. L.“ als Zeichen dafür anzubringen, daß das wahre Liter der Ausmessung zugrundegelegt ist. Dies wird gegenwärtig noch nicht überflüssig sein, weil in den Laboratorien und leider auch in den Handlungen immer noch Geräte nach Mohrschem Liter vorrätig sind. Im übrigen gilt mein Vorschlag gleichermaßen für Kolben, Pipetten und Büretten. Über Wägefläschchen (Pyknometer) dagegen wird unten noch ein Wort zu sprechen sein.

Zwei Umstände sind noch zu erwähnen, von denen der erste diesen Entschluß zu erleichtern, der zweite ihn als moralisch notwendig hinzustellen geeignet ist.

Es steht (hoffentlich recht bald!) bevor, die amtliche Normalwärme für Ausmessungen nach dem wahren Liter von 15° durchweg auf 20° zu erhöhen, und dies käme noch der Verringerung jener schon nach obigen Berechnungen unbedeutenden Fehler zugute, weil eine Wärme von 20° besser dem Durchschnitt entspricht als 15°, mithin die Abweichungen nach oben, die hauptsächlich vorkommen, um 5° geringer werden.

Für die amtlich geeichten Meßgeräte für Flüssigkeiten empfiehlt sich die Fortlassung einer Angabe über die Normalwärme noch aus dem Grunde, weil nach der „Eichordnung für das Deutsche Reich“ vom 8. November 1911 die Fehlergrenze z. B. für ein 100 ccm-Kölbchen 0,05 ccm beträgt, mithin viermal soviel wie die Raumvergrößerung bei dem Erwärmten von 15° auf 20° und das Anderthalbfache wie bei der Steigerung der Wärme auf 28°. Ein bei 15° genau richtiges Kölbchen kann auf etwa 35° erwärmt werden, bevor die Ausdehnung des Glases die als Fehlergrenze festgesetzte Größe überschreitet! Bedenkt man ferner, daß die Abweichung auch nach unten statt nach oben zulässig ist, so ergibt sich als Spielraum für amtlich geeichte 100 ccm-Kölbchen nicht weniger als 0,1 ccm, mithin das Achtfache bzw. das Dreifache der in Rede stehenden Veränderungen durch Erwärmungen von 15° auf 20° oder 28°! Für Literkolben ist die Grenze allerdings bedeutend enger, nämlich nur  $2 \times 0,18$  ccm, doch läßt sie insofern noch einen Gebrauch bei 28° zu, ohne erreicht zu werden. Bei Vollpipetten und Büretten sind die zulässigen Fehler der amtlichen Eichung prozentisch ungefähr ebenso groß wie bei den Meßkolben, also hat es auch im Gebrauch dieser Geräte keinen Sinn, auf die Ausdehnung des Glases Rücksicht zu nehmen<sup>1)</sup>. Eicht man sich Vollpipetten selbst, so kann man zwar eine erheblich engere Fehlergrenze als die amtliche einhalten, jedoch kommen Berichtigungen auch dann nur für große Pipetten und erhebliche Abweichungen von der Normalwärme in Betracht.

Womit will also die Eichungsbehörde ihre Aufschriften „ $\frac{15}{4}$ “ usw. rechtfertigen, wenn sie den vielfachen Fehler bei der Herstellung der Meßgeräte zuläßt, wie man ihn bei deren praktischem Gebrauch bei abweichenden Wärmern innerhalb der gewöhnlichen Grenzen begehen kann? Noch weniger angebracht erscheint es, wenn selbst die gewöhnliche Handelsware derartige Bezeichnungen trägt,

<sup>1)</sup> Die Büretten sind außerdem bekanntlich nach einem Grundsatz ausgewogen, welcher sie für eine große Anzahl von Verwendungen bei chemischen Untersuchungen unbrauchbar macht. Freilich muß anerkannt werden, daß keine andere Art und Weise auffindbar ist, um Büretten für alle Fälle zu genauen Messungen tauglich zu machen, als das Abwarten des vollständigen Nachlaufs. Hierzu glaubte man sich jedoch aus angeblich praktischen Rücksichten nicht entschließen zu können.