

Die Chemische Fabrik

1585—1596 u. P. 169—172

Inhaltsverzeichnis: Siehe Anzeigenteil S. 11

29. Dezember 1927

Keramische Filtergeräte für den Laboratoriumsgebrauch.

Von Dr. B. WEBER, Berlin.

Nach einem Vortrag in der Dechema, Deutsche Gesellschaft für Chemisches Apparatewesen E. V., auf der Hauptversammlung 1926 in Kiel.

Filtrieren gehört zu den täglichen Arbeiten des Chemikers. Sowohl reine Siebwirkung als auch Adsorption kann für den Filtrationsvorgang in Frage kommen. Während für das Zurückhalten der dispersen Teilchen durch Siebwirkung diese größer sein müssen als die Kapillarweite des Filtermaterials, können, wenn Adsorption zur Wirkung gelangt, die Teilchen kleiner sein als die Kapillarweite. So wird z. B. nach Spring¹⁾ von Fettstoffen befreiter Kienruß, der mit Wasser eine Suspension von großer Beständigkeit bildet, von Papierfiltern zurückgehalten. Mischt man den Ruß mit 1%iger Seifenlösung, so läuft er glatt durch das Filter und schwärzt es nicht einmal. Der Ruß wird vom Filter hauptsächlich durch Adhäsion oder Adsorption festgehalten, was daraus hervorgeht, daß das Filter bei Umkehr (Innenseite nach außen) trotz Waschens mit Wasser schwarz bleibt, während es sogleich rein gewaschen wird, wenn man Seifenlösung filtriert.

Die Papierfilter verschiedenster Porengrößen und Härte kommen den Bedürfnissen des Analytikers und präparativ arbeitenden Chemikers weitgehend entgegen; in vielen Fällen aber versagen sie, so bei der Filtration von Flüssigkeiten, die Cellulose stark angreifen, desgleichen bei Filtrationen an der Saugpumpe. In der analytischen Praxis ist in vielen Fällen die reduzierende Einwirkung des Papiers bei der Verbrennung von Nachteil. Das gesonderte Verbrennen des Niederschlages und des Filters ist dann nicht zu umgehen. Hinzu kommt, daß der mit dem Filter verbrannte Rest des Niederschlages nicht direkt gewogen werden kann. Der Fehler, der durch Reduktion entstanden ist, muß durch geeignete chemische Operationen wieder beseitigt werden.

Um die Mißstände auszuschalten, wurde in solchen Fällen der Goochtiegel verwendet. Jeder Analytiker wird zugeben, daß das Vorbereiten der Asbestschicht und das Glühen auf Gewichtskonstanz das Arbeiten mit dem Goochtiegel nicht sonderlich erfreulich macht.

Das Streben der Apparatebauenden Firmen ging daher dahin, für Filterzwecke einen Werkstoff zu verwenden, der diese lästigen Eigenschaften nicht besaß. Glas und keramisches Material erschienen hierfür geeignet.

Die von der Firma Schott & Gen., Jena, seit einigen Jahren in verschiedenen Durchlässigkeiten auf den Markt gebrachten Geräte mit eingeschmolzener Filterplatte aus pulverisiertem und gesintertem Glas entsprechen den an sie gestellten Anforderungen betreffend Filterleistung sehr gut, doch sind die Glasgeräte nicht ohne Gefahr des Zerspringens hoch zu erhitzen und müssen sehr vorsichtig gekühlt werden. Ein direktes Erhitzen und ein Erhitzen über Rotglut kommt gar nicht in Frage, da sonst die Porosität der Filterplatte durch Zerschmelzen der Glasporen verändert wird.

Die Vorzüge der chemischen Resistenz vereinigen mit denen der thermischen Widerstandsfähigkeit am besten keramische Massen.

Man unterscheidet hier gewöhnlich nach der Beschaffenheit des Scherbens poröse Massen (Irdengut) und dichtgebrannte Massen (Sinterzeug), und in diesen beiden großen Klassen teilt man gewöhnlich weiter ein nach der Farbe des keramischen Körpers, gefärbt oder weiß brennend, und kommt so zu vier großen Hauptklassen:

Dicht und gefärbt: Steinzeug,
Dicht und weiß: Porzellan,
Porös und gefärbt: Ziegelei- und
Töpferei-Erzeugnisse,
Porös und weiß: Steingut.

Das Vorhandensein oder Fehlen einer Glasur ist für die Einordnung der keramischen Massen in bestimmte Klassen nicht von Belang.

Diese kurz gekennzeichneten Eigenschaften kann man erreichen durch entsprechende Auswahl der Rohstoffe, Art der Aufbereitung und Formgebung und Art und Höhe des Brennens. Es haben sich für jede Klasse der keramischen Massen bestimmte Versätze eingebürgert, die in gewissen Grenzen variierbar sind.

Während für Gebrauchs- und Luxusgegenstände die Auswahl des Materials in der Hauptsache ästhetischer Art ist, werden an das keramische Material als Werkstoff für chemische Geräte ganz besondere Anforderungen gestellt, und es ist einigen Apparatebauenden Firmen gelungen, durch Ausarbeiten besonderer Spezialmassen, die schwierig oder gar nicht in der üblichen Klasseneinteilung der Keramik unterzubringen sind, den Wünschen und Bedürfnissen des Chemikers gerecht zu werden. Hierher gehören auch die seit einigen Jahren geschaffenen, hochgebrannten, chemisch neutralen Filtermassen D, M, HB und PP.

Diese Filtermassen mußten, sollten sie ein geeignetes Material für den Chemiker darstellen, ganz besondere Eigenschaften haben. Die Porosität der gewöhnlichen porösen, keramischen Massen, Steingut und Töpferware, reicht in den seltensten Fällen aus. Zum Aufsaugen der Mutterlauge aus einem Kristallbrei genügt zwar die Festigkeit, Porengröße und chemische Widerstandsfähigkeit der altbekannten Tonteller. Wenn aber das keramische Gerät zum eigentlichen Filtrieren benutzt werden sollte, mußten alle diese Eigenschaften gesteigert werden.

Es kommt bei der Porosität dieser Filtermassen nicht so sehr auf das Gesamtporenvolumen, nach dem üblicherweise die Porositäten keramischer Körper angegeben werden (prozentuale Wasseraufnahmefähigkeit), als vielmehr auf die Filterleistung und Porengröße an.

Die chemische Widerstandsfähigkeit der genannten Filtermassen sowohl gegen starke Säuren als auch gegen starke Laugen ist bedeutend. Nach fünftägiger Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure betrug der Gewichtsverlust bei Masse D 0%, M 0,1%, HB 0,37%, PP 0,32%. Nach fünftägiger Einwirkung von 40%iger Natronlauge verloren Scherben von Masse D 1,3%, M 0,28%, HB 0,6%, PP 0,54% ihres Gewichtes. Die Einwirkung heißer Laugen hoher Konzentration hat eine

¹⁾ Zsigmondy, Kolloidchem. III, 312 [1920].

merkliche Angreifbarkeit zur Folge, doch werden die für qualitative Arbeiten praktisch zulässigen Grenzen auch hier nicht überschritten.

Die mechanische Festigkeit auch der höchstporösen Masse PP ist in der letzten Zeit durch ein besonderes Verfahren derart gesteigert worden, daß auch von großen Tiegeln der Unterdruck einer Wasserstrahlpumpe ohne Schaden aushalten wird.

Die Feuerfestigkeit der Filtermassen ist bedeutend. Ohne daß ein Zufließen oder eine Verengung der Poren stattfindet, können die Filtergeräte, die bei einer Temperatur von 1450° vorgebrannt sind, auf dem Gebläsefeuer stark geglüht werden.

Bei der Prüfung der Durchlaufgeschwindigkeit wurden Beobachtungen gemacht, die sich mit denen von Hüttig & Nette²⁾ bei der Verwendung von Glasfiltern decken. Bei den Versuchen, die Filterleistung poröser Tiegel an der Saugpumpe zu bestimmen, wurde festgestellt, daß ein und derselbe Tiegel bei gleicher Versuchsanordnung gegenüber Wasser zu verschiedenen Zeiten verschiedene Durchlaufgeschwindigkeiten ergab, die sich manchmal um den mehrfachen Betrag voneinander unterschieden. Die Versuche wurden an der Wasserstrahlpumpe vorgenommen unter Einschaltung eines Vakuummeters, um genau den bei der Filtration herrschenden Unterdruck vergleichen zu können.

Ohne vorläufig diesen Erscheinungen näher nachzugehen, wurde nach dem Beispiel von Hüttig & Nette Tetrachlorkohlenstoff zur Bestimmung der Durchlaufgeschwindigkeit verwendet und gleichfalls gut reproduzierbare Werte erhalten.

Für die Durchlaufgeschwindigkeit von 100 ccm Tetrachlorkohlenstoff an der Wasserstrahlpumpe wurden folgende Werte bei Tiegeln gleicher Filterbodenfläche gefunden: D 15 Minuten, 40 Sekunden, M 60 bis 70 Sekunden, HB 15 Sekunden, A₁-Filtertiegel der Staatlichen Porzellanmanufaktur 250 Sekunden, B₂-Filtertiegel der Staatlichen Porzellanmanufaktur 100 Sekunden.

Nach der Methode von Wense³⁾ ergaben Tiegel gleicher Abmessungen folgende Durchlaufzeiten für 100 mm Wassersäule (Zylinder von 35 mm lichtigem Durchmesser): D kommt nur für Unterdruck in Frage, M 400 Sekunden, HB 15 Sekunden, PP 3 Sekunden.

²⁾ Ztschr. analyt. Chem. 65, 385 ff. [1925].

³⁾ Ztschr. angew. Chem. 36, 310 ff. [1923].

Zur Frage der maschinellen Staubsiebung.

Von Dipl.-Ing. H. ALLEN und Dipl.-Ing. K. MAYER, Hamburg.

In seinem Aufsatz „Beiträge zur Bestimmung der Kornzusammensetzung von Stäuben und Mehlen“¹⁾ veröffentlicht Herr Dr. Baltrusch eine Beschreibung seiner neuen Siebmaschine, die mit dem Satze beginnt: „Die bisher angewandten technischen Methoden zur Ermittlung der Siebrückstände eines Mahlgutes haben zu einer Normung des Siebverfahrens bisher nicht geführt.“

Diese Behauptung ist nur teilweise richtig. Denn für das heute so wichtige Gebiet der Kohlenstaub- (Brennstaub-) Siebung ist eine Normung, und zwar sowohl der Siebe als auch des Siebverfahrens, eingeführt worden, die sich durchgesetzt hat. Jahrelange Studien, die vom Staubausschuß des Reichskohlenrates durchgeführt wurden und deren einzelne Etappen durch eine Reihe wertvoller Veröffentlichungen gekennzeichnet sind²⁾,

¹⁾ Nr. 45 des laufenden Jahrganges dieser Zeitschrift.

Von den Geräten, die aus Filtermassen hergestellt werden, sind besonders folgende zu nennen:

1. Filterkonusse (M, HB, PP).

Sie ersetzen das Filterpapier bei der Filtration mit konischen Trichtern und haben sich besonders bewährt beim Filtrieren von Flüssigkeiten, die Filterpapier zerstören, z. B. Königswasser, konzentrierte Schwefelsäure, Alkalilaugen hoher Konzentration und organische Flüssigkeiten, die Cellulose stark angreifen, desgleichen bei der Filtration heißer, hochsiedender Lösungen, da der Konus gegen Temperaturschwankungen völlig unempfindlich ist.

2. Filtertiegel (D, M, HB, PP).

Um Verschiedenheit im Ausdehnungskoeffizienten (wie die Kombination von Porzellan und poröser Platte sie bedingt) zu vermeiden, bestehen die Haldenwanger Filtertiegel ganz aus porösem Material, und zwar die Wandung aus einer engporigen, die Bodenplatte aus hochporöser Masse. Die Tiegel können, da die Ausdehnungskoeffizienten der verwendeten kombinierten Massen gut übereinstimmen, direkt über dem Gebläse erhitzt und plötzlich vom Gebläsefeuer durch Einsetzen in den Exsikkator abgekühlt werden, ohne Schaden zu nehmen.

3. Quecksilberfilterrohre⁴⁾.

Das Filterrohr besteht aus Porzellan mit eingesetzter Filterplatte aus Masse PP. Das Porzellanrohr, das einen Flansch hat, um es leicht aufhängen zu können, ist 550 mm lang und wird in zwei Größen mit lichtigem Durchmesser 20 und 30 mm hergestellt. Praktischerweise wird man beim Filtrieren ein Niveau von 460 mm Quecksilber halten. Es gelingt dann, mit dem Rohr von 30 mm lichtigem Durchmesser ca. 18½ kg Quecksilber in der Stunde zu filtrieren.

4. Filterkerzen

der verschiedenen Form und Größe zur Wasserfiltration⁵⁾.

5. Allihn'sche Rohre zur Invertzuckerbestimmung⁶⁾.

Laboratorium der Porzellanmanufaktur W. Haldenwanger, Spandau.

⁴⁾ Ztschr. angew. Chem. 40 [1927]; Chem. Appar.- u. Masch.-Wesen 107; Ztschr. techn. Physik 8, 4 [1927].

⁵⁾ Ztschr. angew. Chem. 39 [1926]; Chem. Appar.- u. Masch.-Wesen 18.

⁶⁾ Ztschr. angew. Chem. 39 [1926]; Chem. Appar.- u. Masch.-Wesen 19.

haben schließlich ihren Niederschlag gefunden in dem Normblatt DIN 1171 und dem „Merkblatt für betriebliche Bestimmung der Kohlenstaubfeinheit durch Handsiebung“³⁾.

In diesem Merkblatt wird als „Norm-Siebverfahren“ die Handsiebung bestimmt, deren Ausführung in seinen Einzelheiten genau festgelegt ist. Es ist wahrscheinlich, daß sich auch die Zementindustrie diesen Normen in großen Teilen anschließen wird.

Der Begriff des „normalen Siebverfahrens“ ist folgendermaßen aufzufassen:

²⁾ Berichtsfolgen des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates.

³⁾ Herausgegeben vom Reichskohlenrat. Ebenso erschien ein „Merkblatt für Kohlenstaubprüfsiebungen besonderer Art und Schiedsanalysen durch Handsiebung“.