

330. O. Lohse: Ueber Asbestfilter.

(Eingegangen am 17. Juli.)

Der Vortheil, den ein Asbestfilter gegenüber einem Cellulosefilter bietet, ist bekannt. Asbest wird in den meisten Fällen von den Reagentien nicht angegriffen, namentlich nicht von concentrirten Lösungen der Säuren und Alkalien. Er lässt sich leicht auswaschen, ist selbst für sehr feinkörnige Niederschläge undurchlässig, wenn das Filter sorgfältig hergerichtet ist und bringt die lästigen Reductionerscheinungen in Wegfall, die häufig durch ein verbrennendes Papierfilter verursacht werden.

Soweit mir bekannt geworden ist, hat zuerst Berzelius den Asbest als Filtermaterial beschrieben¹⁾.

Fresenius²⁾ hat später die Anwendung der Asbestfilter mehrfach empfohlen. Soxhlet³⁾ wandte dieselben mit grossem Vortheil bei Zuckeranalysen an. Sein Filterröhrlchen hatte die Form eines Chlor-calciumrohres. Allihn⁴⁾ kam wieder mehr zu der Form, die Berzelius vorschlug, zurück, die auch von Kjeldahl⁵⁾ vorgezogen wurde und wohl am häufigsten empfohlen und angewendet wird.

Meine analytische Thätigkeit ist mir ein Anlass geworden, einigen Uebelständen, welche die Formen der bisher gebräuchlichen Röhrchen für Asbestfiltration mit sich bringen, abzuhelfen. Es stellte sich beim Gebrauche der verschiedenen Formen heraus, dass sie fast alle nicht handlich für das Abwagen sind. Im ausgezogenen Theile sammelt sich bei Reductionen leicht Wasser an, welches das Springen des Röhrchens verursacht. In den Exsiccatoren lassen sich die Röhrchen schlecht unterbringen. Die Herstellung eines absolut unveränderlichen und brauchbaren Asbestpolsters war seither nicht leicht. Bringt man in diese Röhrchen zuerst langfaserigen Asbest und darauf soviel feinfaserigen, dass Baryumsulfat nicht mehr durchgeht, so wird das Polster so hoch, dass es beim Absaugen sehr hinderlich wird und außerdem ist der langfaserige Asbest nicht unveränderlich genug, sondern giebt beim Auswaschen immer wieder Fasern ab, deren Gewicht die Grenzen der Genauigkeit in vielen Fällen überschreitet. Die Erfahrung lehrte, dass langfaseriger Asbest als Unterlage ebenso unzweckmässig ist wie Glaswolle. Mit letzterer habe ich in Uebereinstimmung mit einer An-

¹⁾ Berzelius, Lehrbuch der Chemie, im Deutschen herausgegeben von F. Wöhler. 3. Auflage, 1841, Band 10, Seite 264 u. 187.

²⁾ Fresenius, Anleitung zur quant. chem. Analyse. I, 101.

³⁾ Journ. f. prakt. Chem. N. F. 21, 231.

⁴⁾ Dasselbst 22, 56.

⁵⁾ Compte rendu du laboratoire de Carlsberg 1895, IV, 5.

zahl von Analytikern, die hierüber berichtet haben, die schlechtesten Erfahrungen gemacht.

Böttger¹⁾ bemerkt, dass Glaswolle in heissem Wasser löslich ist. Battandier²⁾ und namentlich Muck³⁾ raten dringend von der Anwendung von Glaswolle ab. Sie verhält sich, da man sie meist aus Bleiglas herstellt, garnicht unveränderlich gegen Reagentien und wird z. B. beim Reduciren unter Erwärmung oft vollkommen schwarz. Beim Trocknen wird sie derartig brüchig, dass sie nachher Splitter in Menge abgiebt. Ich führe ein Beispiel hierfür an: Röhrchen A wurde nur mit kurzfaserigem Asbest⁴⁾ beschickt, Röhrchen B mit einer Unterlage von Glaswolle und Asbest. Beide wurden zuerst mit 250 ccm heissem Wasser ausgewaschen, dann bei 150° getrocknet und wogen:

A. 13.1039 g. B. 13.6259 g.

Bei wiederholtem Auswaschen mit 250 ccm Wasser und nachfolgendem Trocknen bei 150° änderte sich das Gewicht, wie folgt:

A.	B.
13.1039	13.6242
13.1039	13.6232
13.1038	—

Beim Gooch'schen Tiegel⁵⁾ ist erreicht, dass man langfaserigen Asbest und Glaswolle ganz vermeiden kann. Durch Versuche von Th. Paul⁶⁾ ist eingehend festgestellt worden, dass gut gelagerter, feinfaseriger Asbest im Gooch'schen Tiegel sein Gewicht durchaus nicht ändert, mag man auswaschen, filtriren, glühen. Freilich ist man bei Analysen, die stärkeres Erhitzen erfordern, in Anbetracht der Zerbrechlichkeit der Gooch'schen Tiegel aus Porzellan oft gezwungen, zu Platintiegeln seine Zuflucht zu nehmen. Ausserdem lassen sich Reductionen im Gooch'schen Tiegel durch Behandlung mit Wasserstoff nicht leicht ausführen, da die Oberfläche der Niederschläge gross ist und schwer den Einflüssen der Luft entzogen werden kann.

Ich habe versucht, eine neue Form der Asbestfilterröhren zu ersinnen.

Ich gehe zur Beschreibung derselben über und gebe im Folgenden auch eine Reihe von Hülfsapparaten an, die mir und Anderen beim Analysiren gute Dienste geleistet haben.

¹⁾ Polyt. Notizblatt 34, 319.

²⁾ Archiv der Pharmacie 12, 456.

³⁾ Daselbst 19, 140.

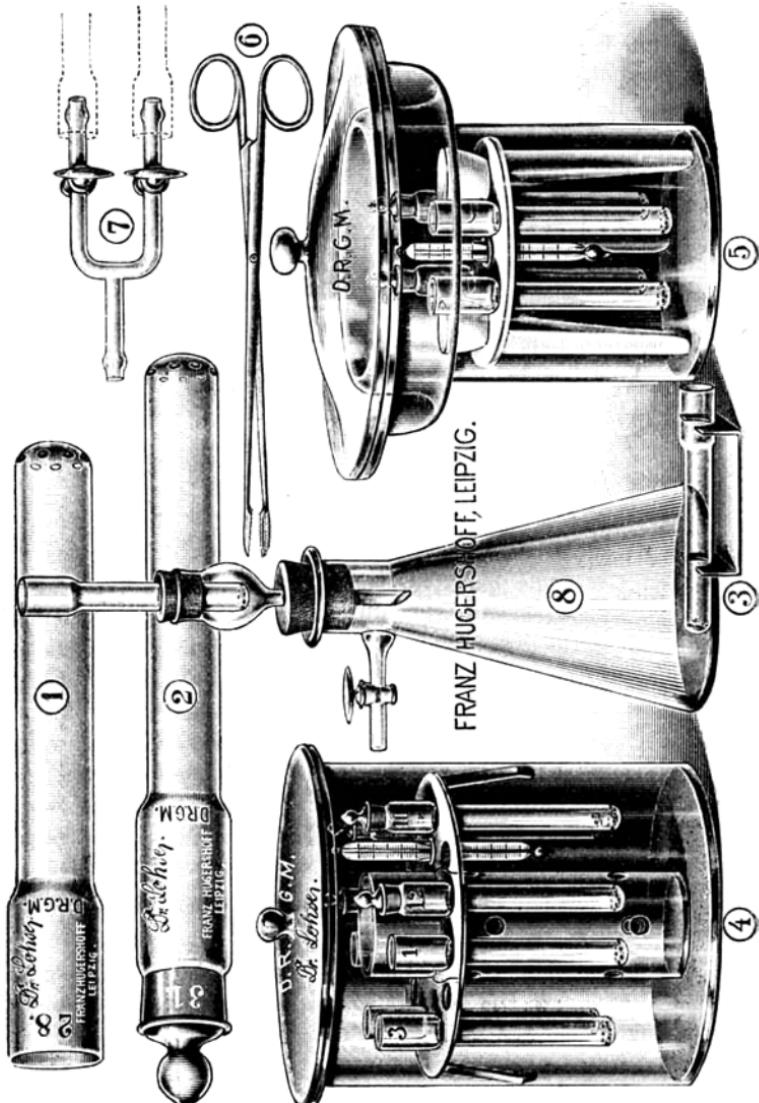
⁴⁾ Nach einer später angegebenen Vorschrift.

⁵⁾ Chem. News 37, 181.

⁶⁾ Z. f. analyt. Chem. 31, 542.

Beschreibung der Constructionen.

Das neue Röhrchen¹⁾ ist ein Stück Glasrohr von der Dicke eines Verbrennungsrohres, welches an einem Ende rund zugeschmolzen



und mit einem Siebkranze von Löchern versehen ist (Figur 1). Das andere Ende ist kropfartig erweitert, sein Rand rundgeschmolzen.

¹⁾ Die Firma Franz Hugershoff hat sich diese Röhrchen gesetzlich schützen lassen. D. R.-G.-M. No. 119401.

Die Länge des Röhrchens beträgt 12 ccm, der lichte Durchmesser 15 mm, der lichte Durchmesser des Kropfes 20 mm. Auf die Herstellung des Lochkranzes wird von der herstellenden Firma ganz besondere Sorgfalt verwendet. Derselbe besteht aus sieben Löchern, welche seitlich angebracht sind. Die Methode der Herstellung ist eine derartige, dass die Röhrchen an diesem Ende bequem stark erhitzt werden können, ohne dass man das Zerspringen des Lochkranzes zu befürchten hat. Der Kropf dient als Trichter und zugleich als Widerlager beim Einhängen in ein Exsiccatorgestell. Die Röhrchen werden aus weissem oder farbigem Natronglas (letzteres für lichtempfindliche Niederschläge), wie aus bestem böhmischen Glase hergestellt und ohne oder mit Stopfen (Figur 2) geliefert.

Für die Wägung des Röhrchens dient ein einfacher Wägebock aus Aluminium (Figur 3).

Als Exsiccator benutze ich ein grosses cylindrisches Gefäss, mit besonders construirtem Einsatz (Figur 4)¹⁾ oder für wenig Röhrchen, welche neben Tiegeln untergebracht werden sollen, einen von Reinhardt construirten Exsiccator²⁾ mit Porzellaneinsatz (Figur 5). Der für zwölf Röhrchen eingerichtete grössere Exsiccator hat ein Innengefäß mit einem Wulst, auf dem eine durchlochte Nickelplatte aufliegt. Diese hat 13 Löcher, von denen 12 für Röhrchen, der letzte kleinere für ein Thermometer bestimmt ist, über dessen Wichtigkeit später zu berichten ist. Auf den Boden des Exsiccators bringt man 2 cm hoch Chlorcalcium, in das Innengefäß Kaliumhydroxydstücken. Die Trocknung in diesem Apparate ist eine sehr vollkommene. Das Wackeln der Iunentheile ist ausgeschlossen. Der Exsiccator nach Reinhardt ist nach dem Princip der von Hempel vorgeschlagenen Exsiccatoren construirt³⁾. Letzterer Exsiccator dürfte sich für Praktikanten besonders eignen.

Uebrigens lassen sich die Röhrchen auch in andern Exsiccatoren gut lagern.

Beim Filtriren benutzte ich eine Birne, wie sie für Gooch'sche Tiegel angewendet wird. Sie sitzt auf einer Absaugeflasche, die man sich zweckmässig mit einer Volumtheilung versieht.

Sollen die in den Röhrchen gesammelten Niederschläge in einem Gasstrome geeglüht werden, so setzt man auf den Kropf einen durchbohrten Stopfen. Durch die Bohrung führt ein Glasrohr mit Hahn oder ein Gabelrohr mit zwei Hähnen (Figur 7), welches die gleichzeitige Behandlung zweier Röhrchen gestattet. Das Gabelrohr verbindet man mit dem Gasometer, leitet Gas ein und erhitzt mit freier Flamme. Verbrennungsgase treten nicht zu den Niederschlägen.

¹⁾ Auch dieser Apparat ist gesetzlich geschützt.

²⁾ D. R.-G.-M.

³⁾ Diese Berichte 23, 3566.

Zum Herausnehmen gebrauchter Asbestpolster dient die Zange (Figur 6), zum Reinigen der Röhrchen eine Rundbürste mit endständigen Borsten. Den kurzfaserigen Asbest bezog ich bisher von der Firma Merck in Darmstadt.

Das Asbestpolster stellt man so dar, dass man feuchten Asbest mit der Zange erfasst, in die Röhre schiebt und mit einem abgeflachten Glasstäbe sanft festdrückt. Das Polster habe die Höhe von 10—12 mm und werde vor dem Trocknen bei 150° mit 200 ccm heissem Wasser gewaschen. Analysenangaben lasse ich im Zusammenhange folgen.

Es erübrigt noch, der Firma Franz Hugershoff¹⁾ in Leipzig für die treffliche Unterstützung bei der Construction der Apparate den wärmsten Dank zu sagen.

Kiel, Universitätslaboratorium.

**831. Richard Möhlau und Volkmar Klopfer:
Ueber die Condensation von Benzhydrolen mit Parachinonen
und parachinoïden Verbindungen.**

[Mittheilung aus dem Laboratorium für Farbenchemie und Färbercitechnik
der Technischen Hochschule zu Dresden.]

(Eingegangen am 24. Juli.)

Die eingehendere Untersuchung der Condensationsfähigkeit aromatischer Alkohole mit Chinonen und chinoïden Verbindungen, über welche in Kürze schon berichtet wurde²⁾, hat gelehrt, dass die Vereinigung der alkoholischen Hydroxylgruppe mit Kernwasserstoff des Chinonkörpers unter Wasserbildung nur dann vor sich geht, wenn der Alkohol ein secundärer, rein aromatischer, wie Diphenylcarbinol oder Tetramethyldiamidodiphenylcarbinol, und der Chinonkörper ein Parachinon oder eine von einem solchen ableitbare Verbindung ist.

Versuche, fett-aromatische, secundäre Alkohole, wie Methylphenylcarbinol, mit *p*-Chinonen zu condensiren, führten zu keinem Ergebniss. Primäre und tertiäre aromatische Alkohole, wie Benzylalkohol und Triphenylcarbinol, verhielten sich *p*-Chinonen gegenüber gleichfalls indifferent.

¹⁾ Franz Hugershoff, Fabrik und Lager chemischer Apparate. Leipzig, Carolinenstr. 13.

²⁾ Diese Berichte 31, 2351.