



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

Quecksilber

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84031](#)

T-Rohres eine Sicherheitsröhre ein, wie bei dem Füllen der grossen Gasometer (Fig. 19).

Einfacher wird der Zweck des vorbeschriebenen Apparates durch die in Figur 29 dargestellte Konstruktion von H. SCHIFF und MARANGONI* erreicht. Der Luftstrom tritt auch hier durch die Drehachsenein und erreicht, welche, wie sich aus der Figur ergiebt, drei schiefe Durchbohrungen hat; hier genügt behufs Fortsetzung der blasenden und saugenden Wirkung eine einfache Umdrehung der Trommeln, ohne dass eine Umstellung von Hähnen oder ein Wechsel von Röhren nötig wäre.

Sollen Gase transportiert werden, so bedient man sich eines Gummisacks, dessen Einrichtung und Gebrauch ohne weiteres aus der Figur 30 ersichtlich ist.

QUECKSILBER.

Arbeiten mit Gasen über Quecksilber können in keinem Laboratorium umgangen werden. Die dazu nötigen Apparate müssen überall vorhanden sein. Der hohe Preis des Quecksilbers spricht aber bei der Auswahl derselben mit. Arbeitet man mit beschränkten Mitteln, so wählt man eine der bekannten im Handel vorkommenden Quecksilberwannen aus Porzellan, von denen die kleinste etwa 300 ccm, die nächstgrößere 500 ccm Quecksilber fasst. Mit ihnen lassen sich die notwendigsten Versuche ausführen. Man arbeitet stets auf dem Quecksilberbrett, welches man, wie Seite 18 vorgeschlagen wurde, über der entleerten pneumatischen Wanne nach der Entfernung der Deckplatte für diese einlegt.

Wenn man über reichlichere Mittel verfügt, so kann man eine eiserne Wanne mit Senkrohr anwenden, in welches sich längere Glasröhren ein-tauchen lassen. Hiermit lassen sich alle audiometrischen Versuche mit Leichtigkeit und Sicherheit ausführen. Um den Apparat möglichst einfach zu gestalten und den Quecksilberbedarf aufs äußerste Maß einzuschränken, kann man etwa folgende Größenverhältnisse einhalten. Die Wanne ist rechtwinkelig aus Gufseisen, im Lichten 15 cm lang und 6 cm breit. Der Boden steigt treppenförmig auf, wodurch das Innere der Wanne ihrer Länge nach in drei Abteilungen von abnehmender Tiefe geteilt wird. Die tiefste Abteilung ist 6 cm breit; sie reicht bis auf den Boden; die Stufe der zweiten Abteilung ist 2 cm hoch und 4 cm breit. Die zweite Stufe ist

* Zeitschr. f. anal. Chemie, Bd. 26, S. 331. — Chem. Centr.-Blatt 1887, S. 885.

ebenfalls 2 cm hoch und 5 cm breit. Die beiden Längswände der Wanne sind ausgeschnitten und mit starken, dicht eingesetzten Glasplatten verschlossen. In der Mitte der tiefsten Abteilung ist das Senkrohr von unten her in den Boden fest eingeschraubt. Es ist aus Schmiedeeisen, im Lichten 2—2 $\frac{1}{2}$ cm im Durchmesser und so lang, daß es, wenn die Wanne auf dem Quecksilberbrett steht, bis auf den Boden der (entleerten) pneumatischen Wanne reicht. Hat letztere die auf Seite 17 angegebene Tiefe, so kann man, wenn die Wanne bis zur zweiten Stufe gefüllt ist, die Röhren bis zu 70 cm Quecksilberdruck ein senken, was für audiometrische Versuche unter allen Umständen ausreichend ist. Zum Füllen des Senkrohrs in der Wanne bis zur zweiten Stufe sind dann etwa 450 ccm Quecksilber nötig, und rechnet man noch 350 ccm für die Füllung der einzusenkenden Apparate, so reicht man im ganzen mit einem Quecksilbervorrat von 800 ccm aus. Diese Größenverhältnisse sind freilich sehr beschränkt und für das Experimentieren nicht besonders vorteilhaft. Ich empfehle daher eine Wanne von 10—12 cm Breite und 24 cm Gesamtlänge (im Lichten) mit Stufen von je 2 cm Höhe und 6, bzw. 10 cm Breite. Der Quecksilberbedarf zur Füllung bis zur zweiten Stufe einschließlich des Senkrohrs beträgt dann 900—1200 ccm.

Wenn die Wanne zu gleicher Zeit für physikalische Versuche, z. B. zur Demonstration des Verhaltens der Dämpfe im Vacuum dienen soll, so giebt man dem Senkrohr eine Tiefe von 80 cm und setzt die Wanne auf ein vierbeiniges festes Tischchen von entsprechender Höhe, mit durchbohrtem Tischblatt.

Die in gröfseren Laboratorien gebräuchliche Einrichtung zum Auf- und Abschrauben der Wanne und Versenken derselben unter das Tischblatt mittels Zahnstange und Trieb ist hier weggelassen, da sie die ganze Einrichtung sehr verteuern würde und für Schulzwecke entbehrlich ist. Ebenso ist von der Einrichtung eines Quecksilberablaufs durch ein in dem Quecksilberbrett angebrachtes seitliches Loch in ein untergestelltes Gefäß Abstand genommen, weil bei Benutzung der pneumatischen Wanne als Senkraum diese Einrichtung nicht leicht auszuführen ist und bei mangelnder Vorsicht auch leicht Quecksilber in die letztere gelangen und zum Verderben derselben Anlaß geben könnte. Das Quecksilberbrett ist im Gegen teil ganz dicht und die Vertiefung desselben nach allen vier Seiten etwas geneigt (s. S. 18), damit jede Gefahr des Eindringens von Quecksilbertropfchen in die für das Senkrohr vorhandene Durchbohrung vermieden ist. Da die ganze Einrichtung nur zeitweilig gebraucht wird, so wird die Wanne nach jedesmaliger Benutzung entleert, zuerst durch Ausschöpfen und dann durch Ausgießen in einen breiten und flachen Porzellannapf und aus diesem mittels Trichter in das für das Quecksilber bestimmte

Standgefäß. Das in das Quecksilberbrett übergelaufene Quecksilber lässt sich ebenfalls durch Ausgießen leicht beseitigen.

Am Ende dieses Werkes sind mehrere schöne Versuche über Verbrennung, Dissoziation und volumetrische Umwandlung von Gasen beschrieben, zu deren Ausführung das Quecksilberbrett noch mit einer Aufhängevorrichtung für Röhren zu versehen ist. Diese wird dort beschrieben werden und es sei hiermit darauf verwiesen.

Reinigung von Quecksilber. a) Reinigung durch Filtration.

Ist das Quecksilber bloß mechanisch verunreinigt, z. B. durch Oxydstaub u. dgl., so genügt eine ein- oder mehrmalige Filtration. Das Filter wird aus festem Schreibpapier hergestellt und unten ganz nahe über seiner Spitze von innen nach außen mit einer feinen Nähnadel einmal durchstochen. Man setzt es in einen passenden Trichter und gießt es voll Quecksilber, welches dann in feinen Tröpfchen durch das Loch rinnt, während schließlich die Verunreinigungen am Papier hängen bleiben.

Um mechanisch verunreinigtes Quecksilber durch Leder zu filtrieren, bedient man sich eines von PFAUNDLER* konstruierten Apparates, welcher aus einer ziemlich engen eisernen Röhre mit oben aufgekittetem Glastrichter besteht. Der unterste Teil der Röhre ist cylindrisch erweitert und an seinem Ende mit einem Schraubengewinde versehen, auf welches eine Überwurfschraube, mit Abflussöffnung in der Mitte versehen, aufgesetzt werden kann. In diesem erweiterten Teil werden einige Scheibchen sämisch gegerbten Leders durch die Schraube so eingeklemmt, dass das Quecksilber an den Rändern derselben nicht vorbeidringen kann. Füllt man den Apparat mit dem zu filtrierenden Quecksilber, so wird es durch eigenen Druck durch das Leder geprefst und läuft in höchst feinen Tröpfchen unten ab. Der ganze Apparat ist in einem geeigneten Holzgestell zu befestigen und so aufzustellen, dass das untere Ablaufende bei nahe den Boden des Aufnahmegeräfses berührt, um dadurch eine etwaige Oxydation der feinen Quecksilbertröpfchen durch die Luft zu verhüten.

b) Reinigung auf chemischem Wege. Enthält das Quecksilber fremde Metalle (Zink) aufgelöst, welche durch den Gebrauch hineingekommen sind, so schüttelt man dasselbe mit verdünnter Salpetersäure oder auch mit einer konzentrierten Lösung von Eisenchlorid (LOTHAR MEYER), die mit dem vierfachen Volumen Wasser verdünnt ist, wäscht dann mit Wasser gehörig aus, gießt das Wasser ab, befreit das Quecksilber in einer offenen Schale durch Filtrierpapier von dem anhaftenden Wasser und trocknet es durch Erwärmen. Das reine Metall muss über eine trockene Porzellan- oder Glasfläche laufen, ohne daran zu adhärieren.

* *Chem. Centr.-Blatt* 1859, S. 473.

Hat man grössere Mengen Quecksilber zu reinigen, so bedient man sich eines von LOTHAR MEYER angegebenen Apparates.* Derselbe (s. Tafel am Ende dieses Werkes Fig. 28) besteht aus einer 1,3—1,5 m langen und etwa 3 cm weiten Glasröhre, deren unteres Ende schräg abgeschliffen ist. Sie steht mit letzterem auf dem Boden eines starkwandigen Glasgefäßes, dessen innere Weite 5 cm, und dessen Höhe 13—15 cm beträgt; etwa 1 cm unterhalb des oberen Randes ist ein seitliches Ausflusrohr angeschmolzen. Die lange Glasröhre wird durch ein festes Stativ gehalten, welches außerdem oberhalb der Röhre noch ein etwa 2 cm langes, 3 cm weites, unten mit einem Ausflusshahne versehenes Glasrohr trägt, das zur Aufnahme des zu reinigenden Quecksilbers bestimmt ist (hierzu lässt sich das untere Ende eines weiten Bürettenrohres anwenden, das man unten mit Kautschukschlauch, feiner Ausflusröhre und Schraubenquetschhahn versieht). Das unterste weite Glasgefäß wird zuvörderst zu etwa $\frac{1}{3}$ mit Quecksilber und dann die lange offene Röhre mit Eisenchloridlösung gefüllt. Man stellt den Hahn so, dass das Quecksilber in ganz dünnem Strahle aus der Ausflussspitze des Bürettenrohres fließt und in Form feiner Tröpfchen in die Eisenchloridlösung fällt. Indem es diese durchsinkt, lösen sich die fremden Metalle; die feinen Tröpfchen werden durch den Druck der Quecksilbersäule vereinigt und fließen in dem Masse, wie das unreine Quecksilber von oben zufließt, aus der seitlichen Ausflusröhre ab. Sollte es nach einmaligem Durchfließen noch nicht rein genug erscheinen, so gießt man es oben noch einmal auf. War das Quecksilber so verunreinigt, dass es die Ausflusröhre verstopft, so filtriert man es zuerst durch ein Papierfilter (s. o.). Das Auswaschen mit Wasser, Abtrocknen etc. geschieht wie oben angegeben. Um es vom Wasser völlig zu befreien, wird es im Vakuum getrocknet.

Um das Quecksilber vor dem Einfallen in die zum Reinigen bestimmte Flüssigkeit vorher möglichst fein zu verteilen, lässt man dasselbe nach KARSTEN** zunächst durch ein Rohr A (Fig. 31) laufen, in welches unten ein Stück Bambusrohr dicht eingekittet ist. Hierdurch werden zugleich die mechanischen Verunreinigungen zurückgehalten. Das Rohr B ist 4 cm weit, 120 cm lang, am unteren Ende verengt und um-

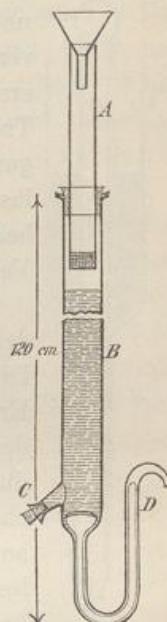


Fig. 31.

* Berichte der Deutschen Chem. Gesellschaft, Bd. 12, S. 437. — Chem. Centr.-Blatt 1879, S. 474.

** Zeitschrift für Instrumentenkunde, Bd. 8, S. 135. — Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 651.

gebogen. Dieser untere, U-förmig gekrümmte Teil wird mit Quecksilber gefüllt und darüber verdünnte Salpetersäure (1 Teil konzentrierte Säure und 50 Teile Wasser) gegossen. Hält man das Rohr *A* durch Nachgießen immer gefüllt, so läuft das gereinigte Quecksilber unten kontinuierlich durch *D* ab. Die verunreinigte Säure kann durch *C* abgelassen und durch neue ersetzt werden.

Nach BRÜHL* wendet man zur Reinigung Chromsäuremischung an, welche man durch Auflösung von 5 g Kaliumdichromat unter Zusatz von etwa 5 ccm Schwefelsäure in 1 l Wasser dargestellt und mit dieser Flüssigkeit das Quecksilber tüchtig schüttelt. Das Metall verwandelt sich hierdurch teilweise und vorübergehend in rotes Chromat, und man hat so lange zu schütteln, bis dieses rote Pulver wieder verschwunden ist und die wässrige Lösung schön grün gefärbt erscheint. Durch Waschen mit Wasser und darauffolgendes Trocknen und Filtern (wie oben beschrieben) wird die Reinigung vollendet. Die Apparate von L. MEYER und KARSTEN lassen sich für diese Reinigungsflüssigkeit nicht anwenden, weil beim bloßen Durchfließen des Quecksilbers durch dieselbe der Verlust viel größer ist als beim Schütteln.

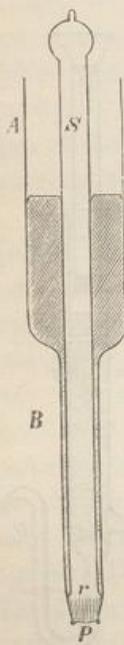


Fig. 32.

In neuester Zeit ist von PALMAER** der in Fig. 32 abgebildete Apparat zum Reinigen des Quecksilbers empfohlen worden. Die Figur stellt denselben in $\frac{1}{4}$ der natürlichen Größe dar. Er besteht aus einem cylindrischen Glasgefäß *A*, welches an der engeren Röhre *B* angeschmolzen ist. In der unteren Mündung der letzteren ist ein Glaspropf *P* eingeschliffen, auf welchem etwa 40—50 feine Ritze *r* angebracht sind. Durch den angeschmolzenen Glasstab *S* kann *P* leicht eingesetzt und dann herausgenommen werden. Nachdem der Apparat in die Flüssigkeit (verdünnte Salpetersäure, Eisenchloridlösung etc.) eingetaucht ist, welche die beigemengten Metalle auflösen soll, gießt man in *A* Quecksilber ein; sobald eine Drucksäule von etwa 7 cm erreicht ist, wird durch *r* das Quecksilber als in der Flüssigkeit aufsteigender feiner Regen hindurchgepresst.

Auch durch einen längere Zeit hindurchzusaugenden Luftstrom läßt sich Quecksilber, welches oxydierbare Metalle enthält, von diesen befreien. Nach CRAFT*** dient hierzu eine 1,5 m lange und 5 cm weite

* Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft, Bd. 12, S. 576. — Chem. Centr.-Blatt 1879, S. 474.

** Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft, Bd. 32, 1891. — Chem. Centr.-Blatt 1899, II, S. 81.

*** Bulletin de la soc. chimique de Paris, Bd. 49, S. 856. — Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 845.

Glasröhre, welche in einer schwach geneigten Holzrinne liegt. Sie ist an ihrem unteren Ende mit einem Stöpsel verschlossen, welcher ein senkrecht nach oben gebogenes Trichterrohr zum Nachfüllen von Quecksilber und ein zweites Rohr mit Hahn zum Ablassen desselben trägt. Das obere Ende der Röhre ist verschlossen und durch ein Glasrohr mit der Wasserluftpumpe verbunden. Man füllt die Röhre mit Quecksilber, setzt die Pumpe in Thätigkeit und saugt 24 Stunden lang Luft durch das Quecksilber. Die verunreinigenden Metalle, welche meistens aus Blei, Zinn und Zink bestehen, werden hierdurch vollständig oxydiert und schwimmen als Oxyde, mit Quecksilber gemischt, als schwarzer Staub obenauf; das Quecksilber erscheint spiegelblank und wird unten abgelassen. Der Apparat kann von frischem gefüllt werden, ohne daß man nötig hat, den Oxydstaub vorher zu entfernen. Silber wird auf diese Weise aus dem Quecksilber, wenn es darin enthalten ist, nicht beseitigt. CRAFT hat aber nie mehr als höchstens 0,01 g Silber in 1 kg Quecksilber gefunden.

c. Reinigung durch Destillation. Im Vakuum erfolgt die Destillation des Quecksilbers schon bei gelinder Wärme und läßt sich auf verschiedene Weise durch mehr oder weniger komplizierte Apparate ausführen.

Am einfachsten erscheint das Verfahren von BOHN,* welcher dazu ein gewöhnliches enges eisernes Gasleitungsrohr von 1,70 m Länge benutzt und dasselbe zu einem Hebel mit zwei parallelen Schenkeln von 0,90 bzw. 0,78 cm Länge und verbindendem Zwischenteil von 2 cm Länge umbiegt. Beide Schenkel werden mit reinem Quecksilber gefüllt, mit den Fingern verschlossen und umgekehrt in zwei Gefäße *A* und *B* unter Quecksilber getaucht. Das hierdurch entstehende Doppelbarometer wird in geeigneter Weise befestigt, dann das Quecksilber aus dem Gefäß *A*, in welches der kürzere Schenkel taucht, bis auf wenige Millimeter ausgeschöpft, so daß nur eben noch die Öffnung des Hebers geschlossen ist, und dann das längere Rohr etwa 7 cm unter der Quecksilberoberfläche durch die Flamme eines Bunsenbrenners, welchen man unter stumpfem Winkel daran spielen läßt, erhitzt, worauf das Quecksilber alsbald zu sieden beginnt und in den kürzeren Schenkel überdestilliert. Das zuerst aus dem Gefäß *A* sich ansammelnde Quecksilber wird ausgeschöpft und nach *B* zurückgegossen, bis das Destillat etwa die 6—10fache Menge des ursprünglich in dem Schenkel vorhandenen Quecksilbers beträgt, und dann hat man nur dafür zu sorgen, daß das Gefäß *A* zeitweilig entleert und *B* zeitweilig gefüllt wird.

* Zeitschrift für Instrumentenkunde, Bd. 7, S. 389. — Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 163.

Einen Destillationsapparat anderer Form beschreibt KARSTEN*. In den Hals einer abgesprengten Flasche *C* (Fig. 33) ist ein 145 cm langes und (von außen) 1 cm weites Rohr mittels Kork dicht eingesetzt; das untere Ende desselben ist bei *D* umgebogen. Ein zweites 80 cm langes und 15 mm weites Glasrohr *B*, oben zu einer Kugel erweitert, ist, wie die Figur zeigt, über *D* gesteckt. Zu beachten ist, daß das innere

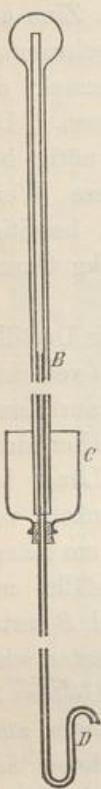


Fig. 33.

Rohr etwa 40 cm von seinem oberen Ende ab kapillar verengt ist, wie Fig. 34 in natürlicher Größe zeigt. Man gießt nun das Gefäß *C* voll Quecksilber, setzt *D* mit der Luftpumpe in Verbindung und evakuiert langsam, während man vorsichtig soviel Quecksilber in *C* nachgießt, daß dasselbe tropfenweise oben aus der Kugel von *B* in das engere Rohr überfließt. Dies wirkt durch seine Verengung als SPRENGEL'sche Pumpe und stellt ein vollkommenes Vakuum her. Man löst jetzt die Verbindung mit der Luftpumpe und erwärmt die Kugel durch einen Ringbrenner, worauf sofort die Destillation beginnt und ununterbrochen fortgeht. Der Stand des Quecksilbers in *B* hängt vom Barometerstand ab; wenn letzterer aber nicht allzusehr wechselt, kann man den Apparat Tag und Nacht gehen lassen und braucht in 24 Stunden nur etwa 2—3 mal Quecksilber nachzugießen. Durch ein zweites Gefäß, das man mit *C* durch einen Heber oder sonstwie verbündet, kann man übrigens für kontinuierlichen Nachfluß von Quecksilber sorgen. Der Apparat destilliert bei einem Gasverbrauch von 40 l pro Stunde reichlich 250 g Quecksilber.

Zu gleichem Zweck dient der Apparat von NEBEL**, welcher in Fig. 35 abgebildet ist

und von seinem Erfinder folgendermaßen beschrieben wird. An einem festen hölzernen Rahmen ist der aus einem Stück bestehende Glasapparat *m a c g h* befestigt. Das Rohr *m* ist 6,5 mm weit und mündet in ein retortenartiges Rohr *a* von 42 mm Weite und 95 mm Länge. Aus *a* führt das nach unten umgebogene, 6,5 mm weite Rohr *b c d* ab, welches sich in das 1,3 mm weite Rohr *d e* verlängert; letzteres ist unten umgebogen und endigt in die 15 mm weite Kugel *f*, welche den 33 mm langen

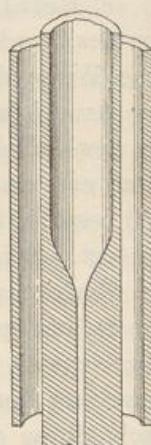


Fig. 34.

* Zeitschrift für Instrumentenkunde, Bd. 8, S. 135. — Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 651.

** Repertorium der Physik, Bd. 23, S. 236. — Chem. Centr.-Blatt 1887, S. 684.

Schliff *g* und das 30 mm lange Glasgefäß *h* trägt. Die starkwandige Flasche *p*, welche 7 kg Quecksilber fasst, wird mit einem in Paraffin gekochten, durchbohrten Kork geschlossen und durch Draht verbunden. Aus ihr führt das Rohr *n* mit Hahn *o* ab. Die Flasche ruht in zwei Holzringen und kann durch diese in den Schlitz *t* auf- und abgeschoben werden. Das Glasgefäß *l* ist 110 mm lang, oben 46 mm und unten 29 mm weit und sitzt in einem Holzgefäß, welches durch den stellbaren Träger *v* vertikal auf- und abgeschoben werden kann. Durch diese beiden Verschiebungen lässt sich der Stand der beiden Röhren *m* und *n* so regulieren, dass ihr Abstand am unteren Ende 20 bis 30 mm beträgt. Der Bunsenbrenner *q* steht ebenfalls auf einem verschiebbaren Brett. Bei *ss* ist der obere Teil des Gestells durch Asbestpappe gegen das Verkohlen geschützt. Die Retorte *a* und die Einmündungsstelle des Rohrs *m* ist ebenfalls mit Asbestpappe dicht umgeben und diese durch ein Drahtnetz *r* mittels eines Drahtes am Querrahmen befestigt. Zum Verschließen des Schliffes *g* dient ein genau hinein passendes Glasrohr *u*, welches oben wellenförmig verjüngt ist und durch Kautschukschlauch mit der Luftpumpe verbunden werden kann. Die Gefäße *l*, *h* und *k* sind mit Holzplatten bedeckt. Die Höhendifferenz zwischen der Mitte des Gefäßes *a* und dem unteren Ende der Röhre *m* muss gleich dem mittleren Barometerstand des betreffenden Ortes sein. Die Röhre *de* ist 850 mm lang.

Beim Gebrauch füllt man zuerst die Quecksilberflasche und bringt sie nach dem Aufsetzen des Korkes und dem Verschluss des Hahnes *o* wieder an ihren Platz, dann öffnet man den Hahn, wodurch sich das Gefäß *l* teilweise mit Quecksilber füllt. Nun setzt man das Rohr *u* mit Kautschukschlauch ein und evakuiert, worauf sich die Retorte *a* bis zur Hälfte mit Quecksilber füllt. Jetzt kann die

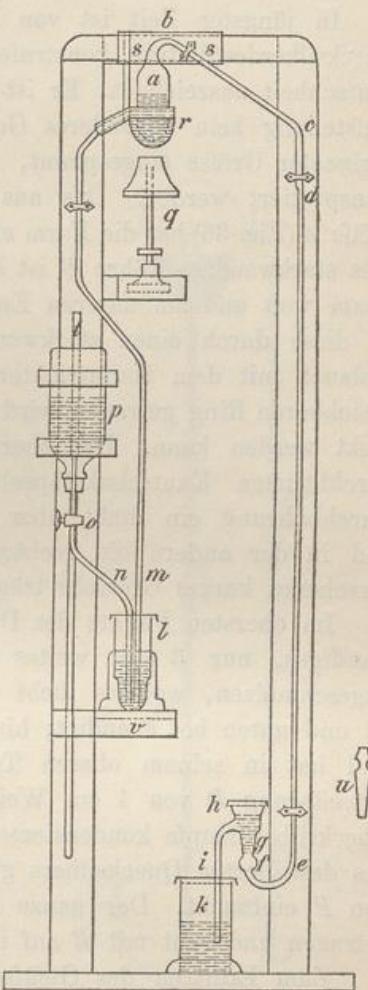


Fig. 35.

Destillation beginnen. Ist die Kugel *f* mit destilliertem Quecksilber gefüllt, so lässt man die Luft langsam zutreten und entfernt das Rohr *u*.

Der Apparat kann ununterbrochen in Thätigkeit bleiben. Er liefert bei mittlerer Flammengröße 500—600 g destilliertes Quecksilber pro Stunde.

In jüngster Zeit ist von DUNSTAN und DYMOND* ein Apparat für Quecksilberdestillation konstruiert worden, welcher sich durch grösere Einfachheit auszeichnet. Er ist ganz aus Glas geblasen und verlangt zur Aufstellung kein besonderes Gestell, sondern kann in jedes Stativ von geeigneter Größe eingespannt, auch leicht von einem Orte zum anderen transportiert werden. Das aus starkem Glase bestehende Destillationsgefäß *A* (Fig. 36) hat die Form eines flachgedrückten Ellipsoids; die gleichfalls starkwandige Röhre *B* ist bis zu ihrem Fusse 1 m lang, im Lichten 3 mm weit und am unteren Ende bei *E* spitzwinkelig umgebogen. Hier ist diese durch einen starkwandigen, ungefähr 1 m langen Kautschuk-schlauch mit dem Hahntrichter *H* verbunden, welcher durch einen verschiebbaren Ring getragen wird und durch diesen leicht gehoben und gesenkt werden kann. Die obere Öffnung von *H* ist mit einem doppelt durchbohrten Kautschukstöpsel verschlossen, welcher in seiner einen Durchbohrung ein dicht über dem Hahn *J* endigendes Trichterrohr *L* und in der andern ein rechtwinkelig umgebogenes, mit einem Hahn *K* versehenes kurzes Glasrohr trägt.

Im obersten Punkte des Destillationsgefäßes *A* ist ein zweites starkwandiges, nur 3 mm weites Glasrohr *C* von gleicher Länge wie *B* angeschmolzen, welches dicht um den Bauch von *A* nach unten geführt ist und unten bei *F* endigt; hier ist es zweimal rechtwinkelig umgebogen und hat in seinem oberen Teile, 5 cm unterhalb *A*, eine cylindrische Erweiterung *D* von 1 cm Weite und 10 cm Länge, in welcher sich die Quecksilberdämpfe kondensieren. Unter *F* wird das Gefäß zum Auffangen des destillierten Quecksilbers gesetzt, in welches das untere offene Ende von *F* eintaucht. Der ganze Apparat wird durch die feste Klemme *O* getragen und ruht mit *E* auf dem Fusse des Stativs.

Zum Erhitzen des Gefäßes *A* dient ein Ringbrenner gewöhnlicher Form. Auf diesen legt man ein kreisförmiges Stück Asbestpappe *N* (Fig. 37), welches so ausgeschnitten ist, daß es leicht über die Röhren *B* und *C* geschoben werden kann und die Brenneröffnungen frei lässt. Hierauf wird ein niedriger, oben offener Cylinder von Glas gesetzt, welchen man mit einer zweiten, in der Mitte kreisförmig ausgeschnittenen Scheibe aus Asbestpappe bedeckt. Diese mittlere Öffnung wird durch einen Deckel

* *Philosophical Magazine* [5], Bd. 29, S. 368. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891, I, S. 179.

soweit geschlossen, daß die Flammen des Ringbrenners gerade gut brennen. Die Kugel *A* befindet sich also ganz in einem Luftbade und ist vor der Berührung mit kalter Luft geschützt. Hierdurch wird verhindert, daß sich die Quecksilberdämpfe zum Teil schon im oberen Teil der Kugel

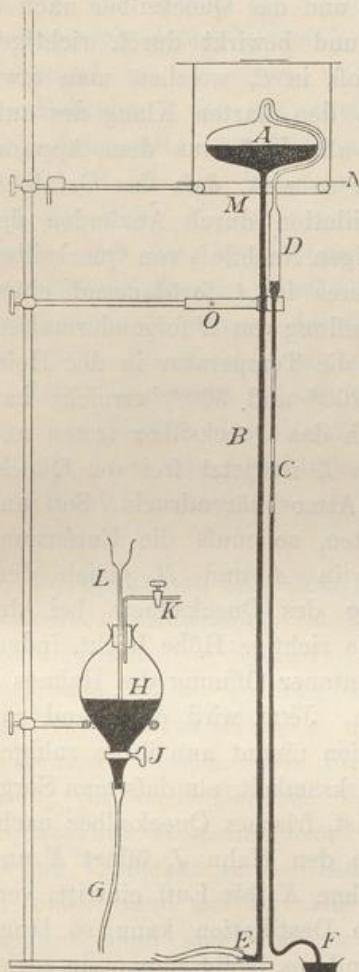


Fig. 36.

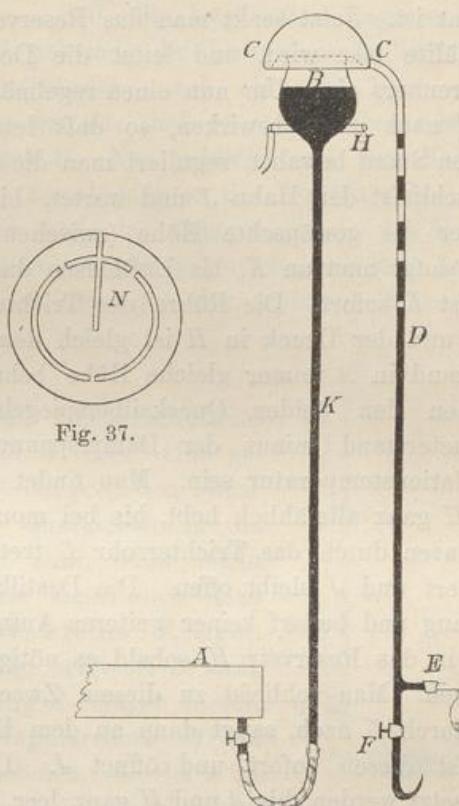


Fig. 37.

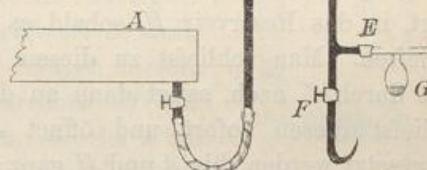


Fig. 38.

kondensieren, was ein Zurückfließen von Quecksilber und damit eine Verzögerung der Destillation zur Folge haben würde. Bleibt der Druck in der Gasleitung konstant, so ist die Temperatur des Luftbades von genügender Gleichförmigkeit; wird die Destillation aber längere Zeit, besonders über Nacht, fortgesetzt, so ist es geraten, einen der bekannten

Gasdruckregulatoren in die Leitung einzuschalten, welcher den Gasstrom bei steigendem Druck entsprechend hemmt.

Soll der Apparat in Thätigkeit gesetzt werden, so muß er zuvor im Innern vollständig ausgetrocknet werden; dann füllt man das Reservoir *H* mit gleichfalls völlig trockenem Quecksilber und hebt es mittels seines Tragringes so hoch, daß sich *A* ganz füllt und das Quecksilber nach *C* überläuft. Nun senkt man *H* ein wenig und bewirkt durch richtiges Stellen des Hahnes *J* einen langsam Abfluss in *C*, welchen man etwa 5 Minuten lang unterhält, bis man durch den harten Klang des aufschlagenden Quecksilbers wahrnimmt, daß alle Luft aus dem Apparat entfernt ist. Jetzt senkt man das Reservoir so weit, daß das Gefäß *H* zur Hälfte leer wird, und leitet die Destillation durch Anzünden des Ringbrenners ein. Um nun einen regelmäßigen Nachfluß von Quecksilber aus *H* nach *A* zu bewirken, so daß letzteres in *A* fortdauernd einen gleichen Stand bewahrt, reguliert man die Stellung von *H* folgendermaßen. Man schließt den Hahn *J* und wartet, bis die Temperatur in der Heizkammer die gewünschte Höhe (zwischen 200° und 300°) erreicht hat. Dann saugt man an *K*, bis Luftblasen durch das Quecksilber treten und schließt *K* sofort. Die Röhre des Trichters *L* ist jetzt frei von Quecksilber und der Druck in *H* ist gleich dem Atmosphärendruck. Soll nun der Stand in *A* immer gleiche Höhe behalten, so muß die Entfernung zwischen den beiden Quecksilberspiegeln in *A* und *H* gleich dem Barometerstand minus der Dampfspannung des Quecksilbers bei der Destillationstemperatur sein. Man findet die richtige Höhe leicht, indem man *H* ganz allmählich hebt, bis bei momentaner Öffnung des Hahnes *J* Luftblasen durch das Trichterrohr *L* treten. Jetzt wird der Stand von *H* fixiert und *J* bleibt offen. Die Destillation nimmt nun ihren ruhigen Fortgang und bedarf keiner weiteren Aufmerksamkeit, als daß man Sorge trägt, in das Reservoir *H*, sobald es nötig ist, frisches Quecksilber nachzugießen. Man schließt zu diesem Zwecke den Hahn *J*, öffnet *K* und füllt durch *L* nach, saugt dann an dem Hahne *K*, bis Luft eintritt, verschließt diesen sofort und öffnet *J*. Die Destillation kann so lange fortgesetzt werden, bis *A* und *H* ganz leer sind; es bleibt dann nur soviel Quecksilber undestilliert zurück, wie in dem Rohre *B* enthalten ist. Wird der Apparat nicht mehr gebraucht, so wird der Hahn *J* zugedreht und das Ende *F* des Rohres *C* bleibt in Quecksilber getaucht oder wird in anderer Weise geschlossen. Die Destillation kann dann in jedem Augenblick ohne weitere Vorbereitungen von neuem eingeleitet werden. — Soll der Apparat entleert werden, so verschließt man die Öffnung *F* mit dem Finger, neigt die Röhre vorsichtig, bis alles Quecksilber aus *C* nach *D* geflossen ist, und läßt langsam Luft eintreten.

Eine von FR. J. SMITH* angegebene Abänderung dieses Apparates bezweckt eine Beschleunigung der Destillation ohne Anwendung eines Luftbades. Das Destillationsgefäß *B* (Fig. 38) ist deshalb zu einer Haube *C* erweitert, an deren unteren Teil das Fallrohr *D* angeschmolzen ist; das in *C* kondensierte Quecksilber kann also nicht nach *B* zurückfließen, sondern fällt gleich in *D* herab. Die Röhre *K* ist 1 m lang und das als Reservoir dienende Gefäß *A* weit und flach, so daß sich der Quecksilberstand in demselben während der Destillation nur wenig ändert. Das Fallrohr *D* ist mit zwei Hähnen *E* und *F* versehen; *E* steht in Verbindung mit einer Luftpumpe und *F* endigt in einer umgebogenen Spitze. *H* ist ein Ringbrenner. Soll die Destillation beginnen, so wird der Hahn *F* geschlossen, *E* geöffnet, die Luftpumpe in Thätigkeit gesetzt und der Ringbrenner entzündet; nach etwa 10 Minuten ist das Fallrohr *D* mit Quecksilber gefüllt, und etwa mit übergerissenem Metall sammelt sich in der Kugel *G*. Nun schließt man den Hahn *E* und öffnet *F*, während man ein zur Aufnahme des Destillats bestimmtes Gefäß untersetzt. Auch hier muß der Apparat, sowie das Quecksilber vor Beginn des Versuches vollständig getrocknet werden, da die geringste Spur von Feuchtigkeit ein Springen der erhitzten Röhre oder Kugel bewirken kann.

Verspritztes Quecksilber. Um verschüttetes Quecksilber aufzunehmen, empfiehlt DVOŘÁK** eine gebogene Pipette von der in Fig. 39 dargestellten Form. Saugt man bei *a*, so tritt das Quecksilber in die kugelförmige Erweiterung *b* und kann dann leicht transportiert werden. Die Pipette kann auch dazu dienen, ihr nach Belieben sehr kleine Mengen Quecksilber zu entnehmen. Man neigt sie so weit, daß ein Tröpfchen in der Biegung *d* hängen bleibt, und bläst dann bei *a*. Die Kapillarröhre *df* ist möglichst dünn und kurz zu nehmen. — Bei *e* ist ein Baumwollenpropf eingeschoben, welcher verhindert, daß beim Saugen Staub oder Quecksilbertröpfchen in den Mund kommen.

Quecksilbertropfen, welche auf ebenem Boden liegen, werden leicht und sicher mit der Quecksilberzange nach

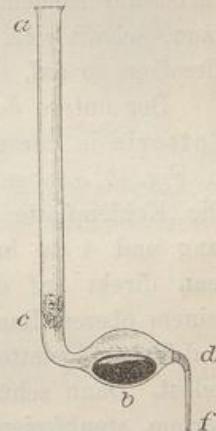


Fig. 39.
Gebogene Pipette.

* *Philosophical Magazine* [5], Bd. 29, S. 501. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891, I, S. 181.

** *Zeitschrift für Instrumentenkunde*, Bd. 11, Seite 338. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891, II, S. 645.

TEGTMAYER* (Fig. 40) aufgehoben. Diese ist aus Stahl gearbeitet und ermöglicht das sichere Erfassen selbst kleinster Tröpfchen.

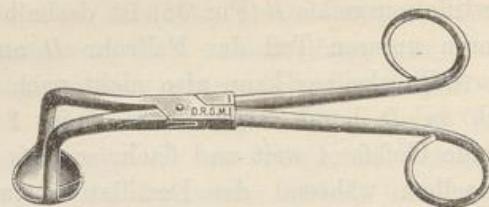


Fig. 40.
Quecksilberzange nach TEGTMAYER.

Aus engen, schwer zugänglichen Spalten lässt sich das Quecksilber auch mittels eines amalgamierten Zinkdrahts oder eines zugespitzten Streifen Zinkblech entfernen.

GALVANISCHE ELEMENTE.

Für kleinere Verhältnisse reichen 2 bis 4 BUNSEN'sche Elemente (Zink-Schwefelsäure, Kohle, Salpetersäure, Fig. 41c,) oder auch BUNSEN'sche Chromsäureelemente in der Flaschenform (Fig. 41, b) aus. Wer es haben kann, schafft sich eine oder zwei konstante Standbatterien an und stellt dieselben so auf, wie es in Fig. 42 gezeichnet ist.

Der untere der beiden Kästen enthält eine zwölfpaarige LECLANCHÉ-Batterie in der modifizierten Form ohne Thonzelle, wovon ein Element in Fig. 41, a abgebildet ist. Das Glas ist 30 cm hoch und 10 cm weit. Die Kohlenplatte 32 cm lang und 5 cm breit, die Zinkplatte 18 cm lang und 4 cm breit. Letztere ist in eine Holzplatte eingehängt, die man direkt auf den Rand des Glases legt. Das Glas wird zuerst an seinem oberen Rande 2 bis 3 cm breit mit einer Mischung von Wachs und Talg eingefettet, dann mit 2 l Wasser gefüllt und darin 300 g Salmiak gelöst. Dann schüttet man 200 g eines Gemisches aus gröslich gepulvertem, staubfreiem Braunstein und ebensolcher Retortenkohle hinein und taucht in dieses die Kohlenplatte, welche man am oberen Rande zuvor in geschmolzenes Paraffin eingetaucht und letzteres nach dem Erkalten an derjenigen Stelle, wo die Klemmschraube anfasst, wieder abschabt. Dies, sowie das Einfetten des Glasrandes geschieht, um das Efflorescieren des Salmiaks zu verhüten. Die Zinkplatte wird dann der Kohlenplatte auf 2 cm Entfernung gegenüber gehängt; sie darf das Braunsteingemisch

* *Chem. Centr.-Blatt* 1899, I, 322.