



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

Filtervorrichtungen

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84031](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-84031)

oben auf dem Kork die offenen Enden durch die Schleife steckt, mit der Drahtzange stark anzieht und daselbst zurückbiegt.

Eine feste Verschlussvorrichtung für Flaschen nach MAULL* ist in Figur 181 abgebildet. Sie paßt für alle gebräuchlichen Flaschengrößen mit Kork- oder Glasstöpsel und ihre Konstruktion und Anwendung ist aus der Figur leicht ersichtlich

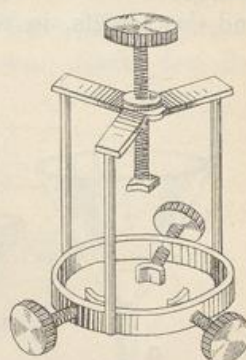


Fig. 181.
Verschlussvorrichtung
für Flaschen nach MAULL.

3. Kautschukstöpsel. Diese haben vor den Korkstöpseln den großen Vorzug, länger dicht zu schließen, da das Kautschuk wegen seiner weiteren Elastizitätsgrenze verhältnismäßig viel stärker zusammengedrückt werden kann, ohne undicht zu werden. Sie sind daher in allen denjenigen Fällen vorzuziehen, wo Gefäße lange Zeit verschlossen bleiben müssen (Gasentwicklungsapparate). Sollen sie durchbohrt werden, so bedient man sich dazu ebenfalls des gewöhnlichen Korkbohrers oder besser der Korkbohrmaschine, taucht den Bohrer aber zuvor in Kalilauge. Hierbei hüte man sich, die Kalilauge unter die Fingernägel dringen zu lassen, was man während des Bohrens nicht fühlt, später aber längere Zeit schmerzhaft empfindet. Selbstverständlich sind Kautschukverschlüsse überall da zu vermeiden, wo sie mit Substanzen in Berührung kommen würden, welche auflösend auf sie wirken, z. B. ätherische Öle oder Schwefelkohlenstoff, Äther etc. Säuren verträgt das Kautschuk dagegen verhältnismäßig sehr gut, auch Gasentwicklungsapparate für Chlor und salpetrige Säure können Kautschukverschlüsse erhalten, welche zwar dadurch nicht völlig unangegriffen bleiben, aber doch mindestens ebensolange aushalten wie Kork.

FILTRIERVORRICHTUNGEN.

1. Glatte Trichter. Zum Filtrieren gehören Trichter, deren schräge Wände miteinander einen Winkel von 60° bilden, von welchem die Röhre nicht in einem Bogen, sondern unter einem scharfen Winkel (120°) abgeht. Die Röhre wird unten behufs besseren Abflusses schräg abgeschliffen (Fig. 182). Gute Formen sind *a*, *b* und *c*, schlechte: *d*, weil

* Zeitschrift für angewandte Chemie 1894, S. 365.

der Winkel zu spitz, und *e*, weil das Rohr nach oben erweitert und die Verbindung mit dem Trichter geschweift ist.

Der Trichter wird in den Ring des Filtriergestelles eingesetzt (*c*) und das Gefäß, in welches die Flüssigkeit abläuft, so untergestellt, daß

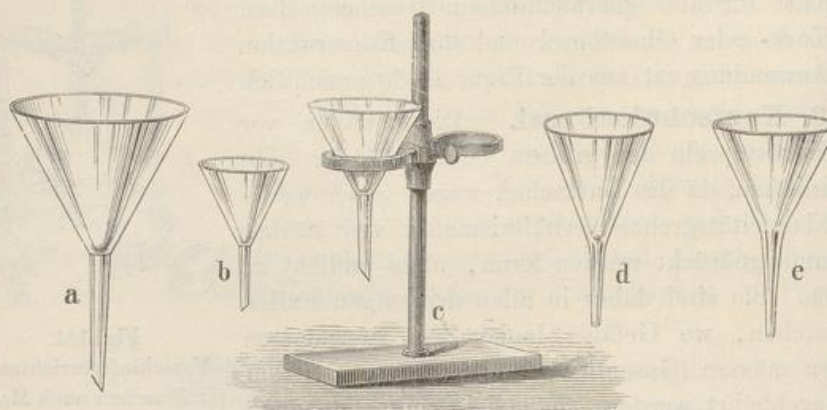


Fig. 182. Gute und schlechte Trichter. Filtriergestell.

das Trichterrohr die Glaswand berührt, damit das Aufspritzen durch einfallende Tropfen vermieden wird. Figur 183 zeigt ein Filtriergestell für vier Trichter. Handlicher ist die Anwendung von Filtrierdreiecken

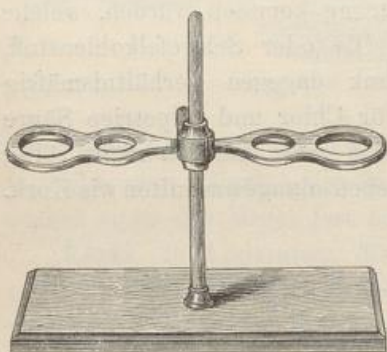


Fig. 183. Filtriergestell.



Fig. 184. Filtrierdreieck.

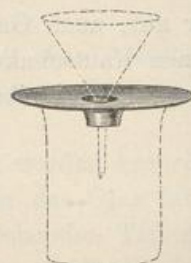


Fig. 185. Filtriertasse.

(Fig. 184) oder Filtriertassen (Fig. 185), welche man als Stütze für den Trichter auf den Rand des Becherglases legt. Jene sind aus Holz, diese aus Glas gefertigt und haben in der Mitte einen kreisförmigen Ausschnitt mit schräger Wand, in welche der Trichter eingesetzt wird.

2. Siebtrichter. Um günstigere Bedingungen für das Filtrieren zu beschaffen, hat zuerst Wirt* Trichter mit eingelegten Siebplatten

* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 19, S. 918.

(Fig. 186) empfohlen. Diese haben einen Durchmesser von 40 mm, sind 4—5 mm dick, und an ihrem Umfang so abgeschrägt, daß sie sich genau an die Trichterwand anlegen. Das Material ist Glas oder Porzellan. Die Platte wird mit einer doppelten Scheibe aus Filtrierpapier bedeckt, die untere ist 42, die obere 46 mm im Durchmesser. Nach dem Be-

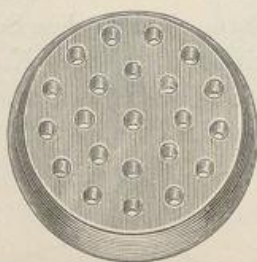


Fig. 186. Siebeinlage.



Fig. 187. Siebtrichter nach Hirsch.

feuchten legen sie sich gut an die Glaswand an. Man filtriert mit Anwendung der Filterpumpe.

Diese Art des Filtrierens ist von anderen Experimentatoren mehrfach

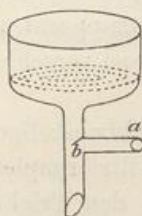


Fig. 188. Siebtrichter mit Saugrohr nach BÜCHNER.

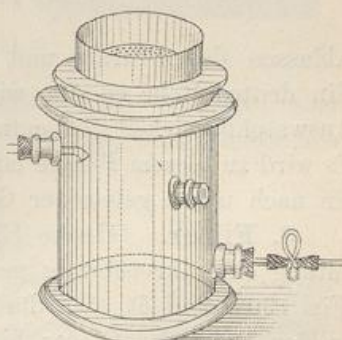


Fig. 189. Nutschfilter.

abgeändert worden. Zunächst hat HIRSCH* Trichter aus Porzellan herstellen lassen, bei welchen die Siebplatte nicht lose eingelegt, sondern fest eingesetzt ist (Fig. 187). Hierdurch soll vermieden werden, daß trübe Flüssigkeit zwischen Platte und Trichterwand durchläuft. Die Papierscheibe braucht in diesem Falle nur so groß zu sein, daß sie die Siebplatte eben bedeckt.

* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 12, S. 340. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 505.

Später hat BÜCHNER* dem Trichter die in Figur 188 dargestellte Form gegeben, welche wegen vergrößerter Oberfläche noch schneller filtriert, und außerdem ein seitliches Ansatzrohr *a* trägt, welches mit dem Saugrohr der Luftpumpe (siehe weiter unten: Filtrieren unter vermindertem Druck) verbunden wird, so daß der Kork der Filterflasche nur eine einfache Durchbohrung zu haben braucht. Bei *b* ist ein Schutzblech angebracht, welches den Eintritt von Flüssigkeit in das Saugrohr verhütet. Bei der in Figur 189 abgebildeten Konstruktion (Nutschfilter) ist die Trichterform ganz verlassen und dafür die Form einer flachen Schale mit durchlöcherter Boden gewählt. Dieselbe wird mittels eines Kautschukringes luftdicht in den Deckel eines Glaszylinders eingesetzt, welcher durch ein oberes seitlich angesetztes Rohr mit der Pumpe verbunden ist. Ein anderes Ansatzrohr mit Hahn nahe am Boden dient zum zeitweiligen

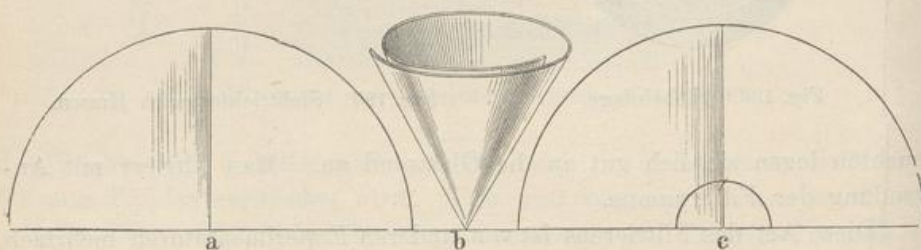


Fig. 190. Glatte Filter.

Ablassen des Filtrats und bleibt während des Filtrierens geschlossen. Ein drittes Rohr endlich wird benutzt, um Proben des Filtrats bzw. der Auswaschflüssigkeit zu entnehmen, ohne den Saugapparat zu entfernen. Es wird zu diesem Behufe mit einem Kautschukstöpsel verschlossen, in dem ein nach unten gebogener Glaslöffel steckt.

3. Filter. Glatte Filter werden durch rechtwinkelige Zusammenfaltung eines kreisförmig geschnittenen Stückes Filtrierpapier hergestellt (Fig. 190 *a* und *b*). Sie dürfen beim Einsetzen in den Trichter nicht bis an den Rand des Glases hinaufreichen. Nach dem Einlegen wird das Filter zuvor mit Wasser befeuchtet, damit die Papierfasern genügend aufquellen, um nicht zwischen sich Teilchen des Niederschlags einzuschließen, wodurch bald eine Verstopfung veranlaßt werden würde. Der untere Teil des Filters muß in eine scharfe Spitze endigen. Um die Spitze des Filters zu verstärken, legt man in der Mitte vor dem Brechen ein kleineres Filter ein (Fig. 190 *c*). Man erleichtert bei glatten Filtern das Filtrieren durch Einlegen eines dünnen Glasstabs zwischen Trichterwand und Papier.

* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 13, S. 94 und Bd. 14, S. 807. — *Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 241 und 1890, II, S. 193.

Zur Anfertigung eines Faltenfilters nehme man eine kreisrund geschnittene Scheibe Filtrierpapier, (welches in allen Größen in den Handel kommt), falte dieselbe zu einem Halbkreis zusammen, breche diesen in

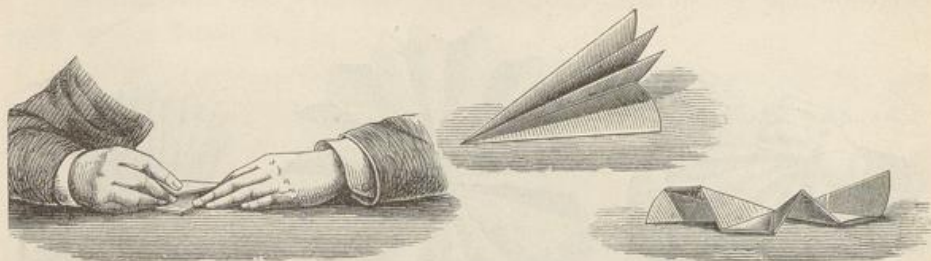


Fig. 191. Faltenfilter brechen I.

acht gleiche Sektoren, worauf es nach dem Entfalten so erscheint, wie in Figur 191 dargestellt ist. Dann breche man den 2., 3. und 6. Bruch um,

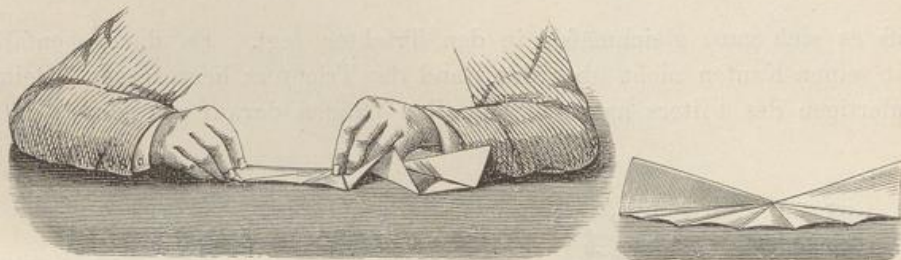


Fig. 192. Faltenfilter brechen II.

so daß alle Brüche nach derselben Fläche des Papiers gewendet sind (Fig. 192). Hierauf falte man jeden der acht Sektoren noch einmal zu-

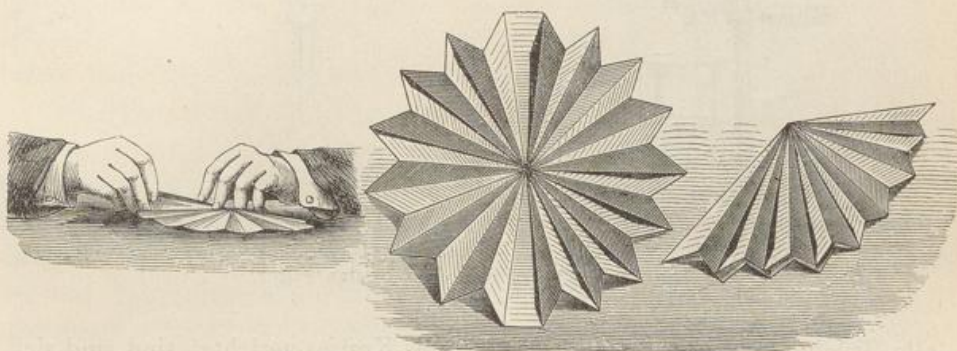


Fig. 193. Faltenfilter brechen III.

sammen, und zwar in der Weise, daß die Kanten der dadurch entstandenen acht Brüche nach der entgegengesetzten Fläche des Papiers gerichtet sind, wodurch der Halbkreis in 16 Sektoren geteilt wird

(Fig. 193), und öffne den Kreis. Unter den 32 Sektoren befinden sich zwei gegenüberliegende mit gleich gerichteten Kanten. Diese hat man noch einmal zu halbieren (Fig. 194) und das Filter dann so zu ordnen,

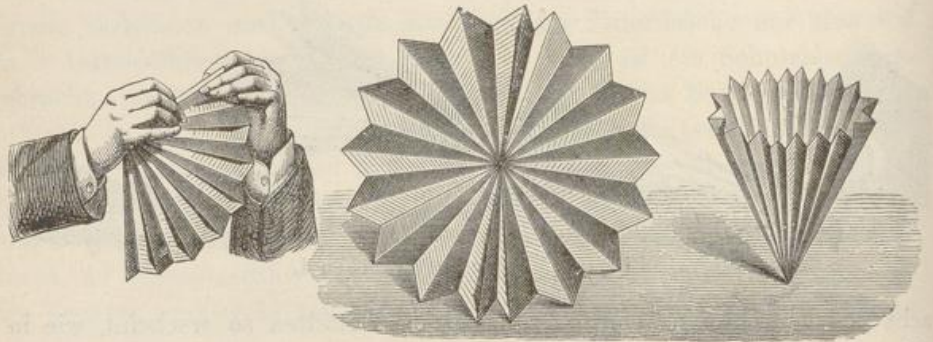


Fig. 194. Faltenfilter brechen IV.

daß es sich ganz gleichmäÙig in den Trichter legt. Es darf ebenfalls mit seinen Kanten nicht über den Rand des Trichters hervorragen. Beim Anfertigen des Filters hat man vor allen Dingen darauf zu achten, daß

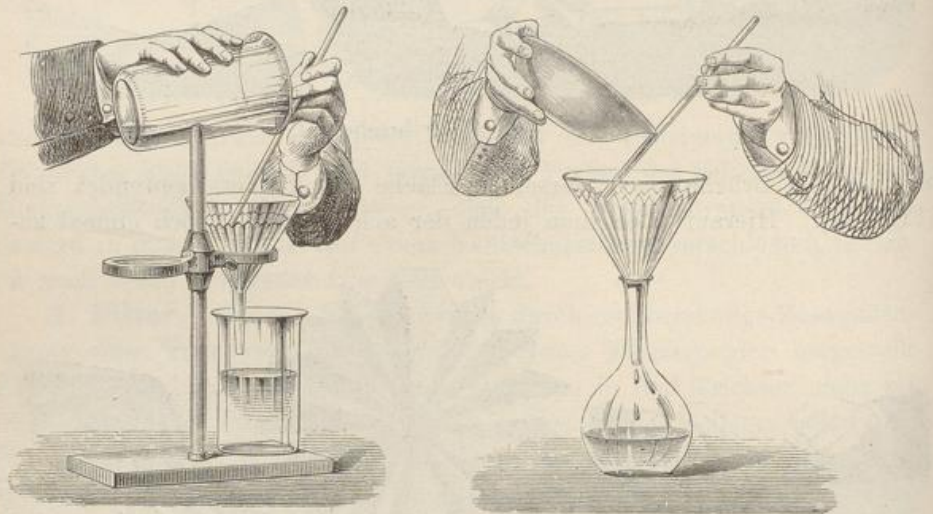


Fig. 195—196. Eingießen in das Filter.

alle Brüche genau nach dem Centrum des Kreises gerichtet sind und sich dort in einer scharfen Spitze vereinigen. Weniger sorgfältig gearbeitete Filter reißen leicht.

Beim Eingießen der zu filtrierenden Flüssigkeit muß der Strahl derselben auf die Seitenwand des Filters, nicht aber in dessen untere

Spitze geleitet werden. Hierzu bedient man sich eines Glasstabs, an welchem man die Flüssigkeit aus dem Glase (Fig. 195) oder aus der Schale (Fig. 196) herablaufen läßt.

Richtet man den Flüssigkeitsstrahl direkt auf die Spitze, so reißt diese in der Regel durch.

Der Filtriertrichter von v. PONZET* (Fig. 197) gestattet, die Filtration jeglicher Flüssigkeit mit ganz glatten Filtern in der kürzesten Zeit zu bewirken, und macht Faltenfilter entbehrlich. Die im Innern angeordneten Rippen sind durch Übersetzung in derselben Stärke, wie sie am oberen Ende beginnen, bis zu ihrer Einmündung in das Abflußrohr durchgeführt, vermöge dessen das Filter auf seiner ganzen Fläche frei liegen bleibt und das Filtrat ungehindert abfließen kann. Es ist einleuchtend, daß dadurch das Filter mit seiner ganzen Fläche in Thätigkeit tritt, den Filtrationsprozeß in höchstem Maße beschleunigt und auch bei flüchtigen Flüssigkeiten den bisher unvermeidlichen Verlust, der durch Verdunstung entsteht, wesentlich verringert. Zur besseren Cirkulation der Luft

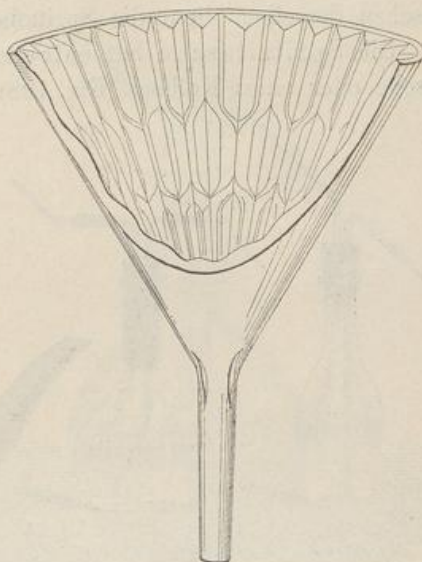


Fig. 197. Filtriertrichter von PONZET.

sind an dem Trichter von außen vier feine Rippen angebracht, welche den nötigen Abstand desselben von der untergestellten Auffangflasche einhalten und dadurch die Luft aus derselben ungehindert abströmen lassen.

Festes Filtrierpapier. Nach FRANCIS** besitzt Filtrierpapier, welches in Salpetersäure von 1,42 spez. Gewicht eingetaucht und darauf mit Wasser gewaschen worden ist, eine auffallende Festigkeit, läßt aber Flüssigkeiten gut durchlaufen, verschieden von dem mit Schwefelsäure dargestellten Pergamentpapier. Solches Papier kann, ohne zu zerreißen, wie ein Stück Leinen gerieben und gewaschen werden; hierbei zieht es sich zusammen und giebt Aschenbestandteile ab; es erleidet einen geringen Gewichtsverlust und enthält keinen Stickstoff. Während eine 25 mm dicke

* *Chem. Centr.-Blatt* 1893, II, S. 704.

** *Journal of the Chemical Society*, Bd. 47, S. 183. — *Chem. Centr.-Blatt* 1885, S. 290.

Rolle, aus gewöhnlichem schwedischem Filtrierpapier zusammengedreht, bei einer Belastung von 100—150 g zerreißt, trägt eine ähnliche Rolle aus mit Salpetersäure behandeltem Filtrierpapier ein Gewicht von 1,5 kg. Man kann es beim Filtrieren mittels der Filterpumpe in einem gewöhnlichen Trichter ohne Platinkonus anwenden. In sehr leichter Weise lassen sich solche Filter präparieren, wenn man sie mit ihrer Spitze in Salpetersäure von der genannten Stärke eintaucht und mit Wasser auswäscht.

4. Auswaschen. Zum Nachspülen der Niederschläge und Auswaschen derselben dient die Spritzflasche und der Wasserkessel.

Die Spritzflasche hat entweder die Form einer Gasentwickelflasche oder eines Kolbens (Fig. 198). Die Konstruktion ergibt sich aus

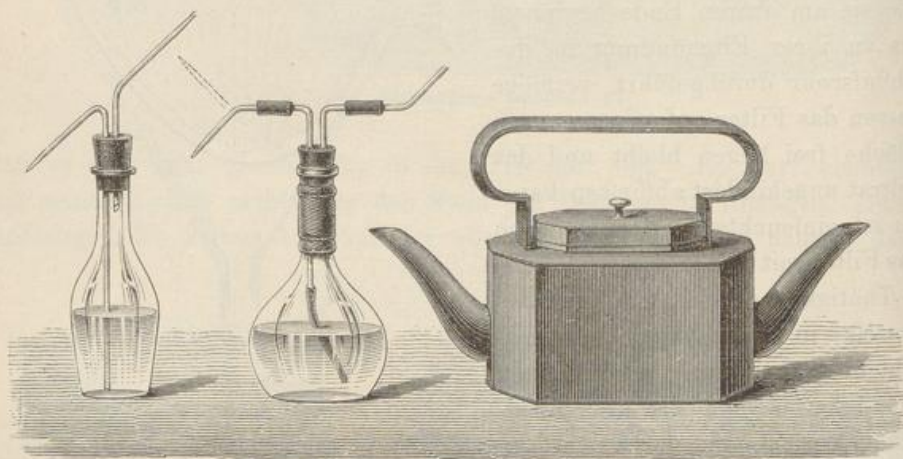


Fig. 198. Spritzflaschen.

Fig. 199. Wasserkessel.

der Zeichnung. Das spitz ausgezogene Ausströmungsrohr macht man durch Vermittlung eines Stücks Kautschukschlauch drehbar, um den Wasserstrahl leicht nach allen Richtungen lenken zu können. Beim Gebrauch der Spritzflasche richte man unter vorsichtigem Anblasen den austretenden Wasserstrahl zuerst gegen die Filterwand, und erst, nachdem der Strahl ruhig fließt, auf den Niederschlag. Um einen rascheren Wasserfluß zu erzielen, kehrt man die Spritzflasche um und benutzt das zum Blasen bestimmte Ende als Ausflußrohr. Soll die Spritzflasche auch für heißes Wasser dienen, so umgiebt man den Hals mit einer Bandage von Filz oder Kork, um sicher anfassen zu können. Für heißes Wasser dient auch der kupferne Wasserkessel (Fig. 199) mit einem weiten und einem engen Ausflußrohr; sehr bequem zum Auswaschen der Niederschläge.

Ein Übelstand bei der gewöhnlichen Spritzflasche besteht darin, daß nach dem Blasen die Flüssigkeit aus dem Steigrohr zurücksinkt, während einige Tropfen in der Spitze hängen bleiben. Bei wiederholtem Gebrauch

müssen diese zuerst ausgetrieben werden, und dann fließt das nachströmende Wasser in der Regel mit einem Stofs heraus, wodurch Umherspritzen von Flüssigkeit etc. veranlaßt werden kann. Zur Vermeidung dieses Übels sind mannigfache Mittel vorgeschlagen worden, von denen hier einige angegeben werden mögen.

BEUTELL* giebt dem unteren Ende des Steigrohrs die in Figur 200 dargestellte Form. Dieselbe hat unten eine kleine Öffnung und in einiger Höhe darüber eine Einschnürung. Eine kleine lose Glaskugel spielt inner-



Fig. 200.

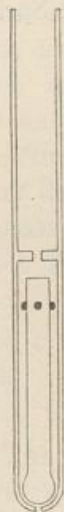


Fig. 201.

Spritzflaschen mit Glasventil.

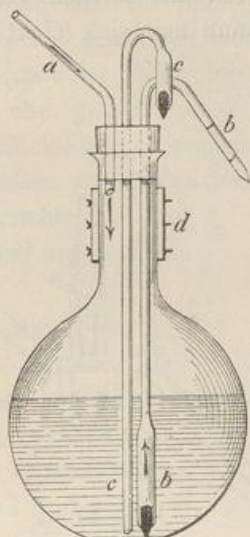


Fig. 202.

halb des Rohrs und verschließt nach dem Blasen die untere Öffnung, wodurch das Zurückfließen des Wassers verhütet wird.

Etwas vollkommener ist die von WENDRINER** angegebene Abänderung. Auch hier ist das unten halbkugelig endigende Steigrohr mit einer kleinen Öffnung versehen. In ihm bewegt sich ein unten kugelförmig verdickter Glasstab, welcher durch oben angeschmolzene Glaströpfchen vor seitlichen Schwankungen geschützt ist. Um die Hebung desselben zu begrenzen, ist ein flacher Glasring innerhalb des Rohrs eingeschmolzen.

KALECSINSZKY*** benutzt einen Ventilverschluss von der in Figur 202 abgebildeten Form. Das Steigrohr *b b* ist an seinem unteren Ende erweitert

* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 12, S. 53. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 317.

** *Chemiker-Zeitung*, Bd. 12, S. 858. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 1019.

*** *Jahresbericht der kgl. ungar. geolog. Anstalt für 1888*. — *Chem. Centr.-Blatt* 1890, II, S. 899.

und mit einem als Ventil wirkenden, gut passenden Glaskonus verschlossen. Da man die Spritzflasche auch häufig zum Gießen aus der Einblaseöffnung benutzt (s. oben), diese Einrichtung aber hierzu unbrauchbar ist, weil sie den Eintritt von Luft verhindert, ist noch ein drittes Rohr *cc* angebracht, welches bis zum Boden der Flasche reicht und an seinem oberen Ende außerhalb der Flasche umgebogen und mit einem nach innen sich öffnenden Ventil versehen ist. Durch dieses gelangt nun die Luft in die Flasche, und somit kann man den Wasserstrahl bei *a* ausfließen lassen. Röhren mit solchen Ventilen sind jetzt käuflich zu haben, und mit diesen kann man sich leicht eine solche Spritzflasche zusammenstellen.

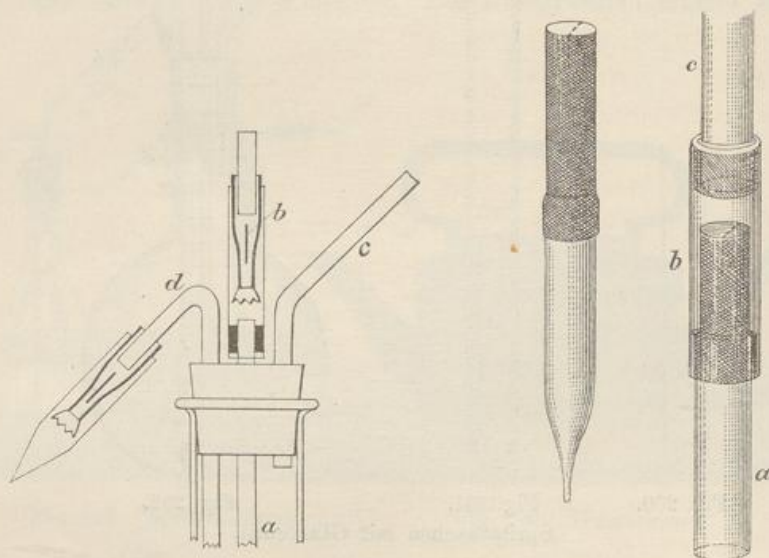


Fig. 203—205. Spritzflaschen mit Kautschukventil.

Bei anderen Konstruktionen wird derselbe Zweck durch Anbringung von BUNSEN'schen Kautschukventilen erreicht.

LUZI* empfiehlt folgende Einrichtung. Das Steigrohr *d* wird oben kurz unterhalb seiner Umbiegung abgeschnitten und mit einem BUNSEN'schen Ventil nebst darüber geschobener Ausflussspitze geschlossen. Beim Anblasen durch *c* öffnet sich das Ventil, und das Wasser tritt aus. Nach dem Aufhören des Blasens schließt sich das Ventil sofort und verhindert den Rückfluß des Wassers. Zu gleichem Zwecke, wie bei der vorher beschriebenen Einrichtung, ist auch hier noch ein drittes Rohr *a* in den Kork gesetzt, welches bis auf den Boden der Flasche reicht und am oberen Ende mit einem BUNSEN'schen doppeltgeschlitzten Ventil (in der

* Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 1225.

Figur ist nur der vordere Schlitz *b* zu sehen) geschlossen ist. Beim Umkehren der Flasche tritt dann durch dieses Ventil Luft ein und das Wasser fließt ungehindert aus *c*.

Eine andere Form des Kautschukventils ist von STROSCHEIN* angegeben worden. Dasselbe wird aus einem Kautschukröhrchen hergestellt, wie man es in den Apotheken zu Augentropfpipetten (Fig. 204) haben kann. Man verkürzt dieses an seinem offenen Ende so, daß es im ganzen etwa 3 cm Länge hat und versieht es am oberen, flachgeschlossenen Ende mit einem Einschnitt. Es wird dann auf eine kurze Glasröhre *a* (Fig. 205) und diese wieder in eine weitere *b* geschoben und das Ganze mittels Kautschukringes mit dem unteren Ende des Steigrohrs *c* verbunden. Beim Anblasen öffnet sich das Ventil und gewährt dem Wasser ungehinderten Austritt, während es das Rücklaufen desselben verhindert. Um auch bei dieser Einrichtung das Gießen zu ermöglichen, setzt man ebenfalls ein drittes bis auf den Boden reichendes Rohr in den Kork und versieht dasselbe mit einem umgekehrten (nach oben offenen) gleichen Ventil.

In sehr einfacher Weise erreicht BROWNE** den Abschlufs der inneren Luft nach dem Blasen. Die Durchbohrung des Korks, welche das Blaserohr *a* (Fig. 206) aufzunehmen hat, wird seitlich angebohrt und dann von der Seite des Korks ein Stück weggeschnitten. Das Rohr *a* wird unten zugeschmolzen und erhält seitlich eine kleine Öffnung, welche nach Einsetzen des Rohrs auf die seitliche Bohrung trifft. Durch eine geringe Seitendrehung von *a* nach dem Blasen wird die Öffnung verschlossen.

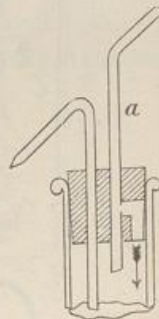


Fig. 206.
Spritzflaschen-
verschluss.

Eine Vorrichtung zum Auswaschen mit heißem Wasser, welche, wenn einmal zusammengestellt, immer leicht in Thätigkeit gesetzt werden kann, beschreibt JEWETT***. Dieselbe ist in Fig. 207 dargestellt. Durch den Stopfen der Flasche *A* sind drei Röhren geführt. *C* mündet unterhalb des Stopfens und dient, wenn der Quetschhahn geöffnet ist, zum Austrittsrohr für die Dämpfe. *D* ist mit dem gebogenen Rohr *G* verbunden, und reicht bis auf den Boden von *A*. Auch *E* reicht bis auf den Boden und tritt in den leeren Kolben *B* ein. Will man auswaschen, so schließt man den Quetschhahn *C* und hält *G* so, daß die durch den

* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 13, S. 464. — *Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 657.

** *Journal of the Analytical Chemistry*, Bd. 4, S. 141. — *Chem. Centr.-Blatt* 1890, II, S. 369.

*** *Journal Amer. Chem. Soc.*, 17, S. 517. — *Chem. Centr.-Blatt* 1895, II, S. 331.

Dampf emporgedrückte Waschflüssigkeit auf den Niederschlag geleitet wird. Bei zu starker Dampfentwicklung wird ein Teil des Wassers durch das Rohr *E* in den Kolben *B* gedrückst und verdrängt aus dieser die Luft durch das Rohr *F*. Sowie man den Quetschhahn öffnet, entweicht der Dampf von *C* und das Wasser tritt in den Kolben *A* zurück. So ist man während des Waschens nicht durch die Dämpfe des siedenden Wassers belästigt.

Zur raschen Bereitung von warmem Wasser ist die Heizschlange* (Fig. 208) wohlgeeignet. Das kalte Wasser geht durch eine doppelt

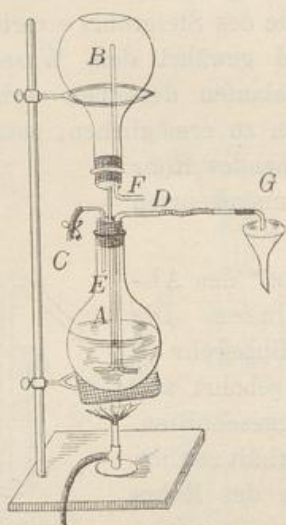


Fig. 207.

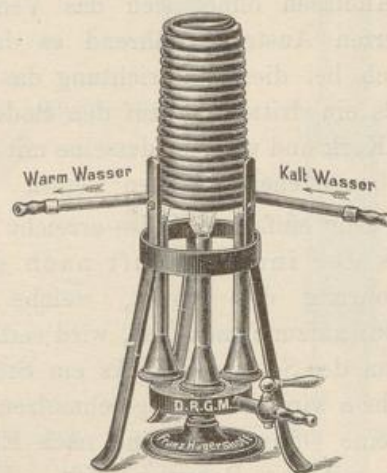


Fig. 208. Heizschlange.

ineinander gewundene Kupferspirale von 5 Meter Länge, worin es durch drei untergestellte Teclubrenner sehr rasch erhitzt wird.

Da das Filtrieren von Flüssigkeiten, in denen ein Niederschlag aufgeschwemmt ist, sehr langsam von statten geht, so läßt man den Niederschlag, wenn die Zeit dazu ausreicht, erst möglichst gut absetzen; dann entfernt man die darüber stehende klare Flüssigkeit durch vorsichtiges Abgießen oder Dekantieren und bringt schließlich den Niederschlag allein auf das Filter, wobei man sich zum Ausspülen des Glases, in welchem er sich abgesetzt hat, der Spritzflasche bedient. Bleiben Teile des Niederschlags an den Glaswänden haften und kommt es darauf an, diese nicht verloren gehen zu lassen, so kratzt man sie durch Reiben mittels einer wie Figur 209 zugeschnittenen Federfahne unter Zusatz von

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

wenig destilliertem Wasser ab (Fig. 210) und spült sie nach genügendem Auswaschen der Feder auf das Filter; oder man löst die anhaftende dünne Schicht durch Zusatz eines entsprechenden Lösungsmittels wieder

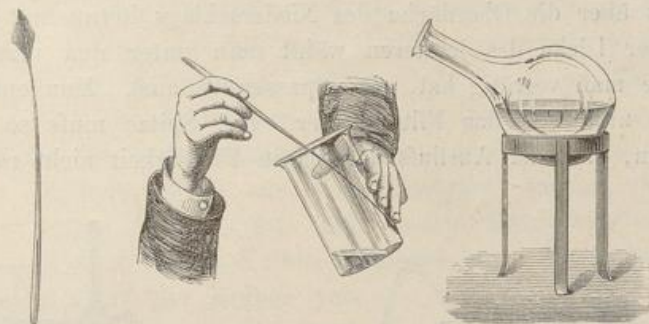


Fig. 209—211. Dekantieren.

auf und schlägt sie von neuem nieder. (Anhaftende Metalloxyde z. B. werden durch Salz- oder Salpetersäure abgelöst und mit wenig Ammoniak und Kali wieder gefällt etc.)

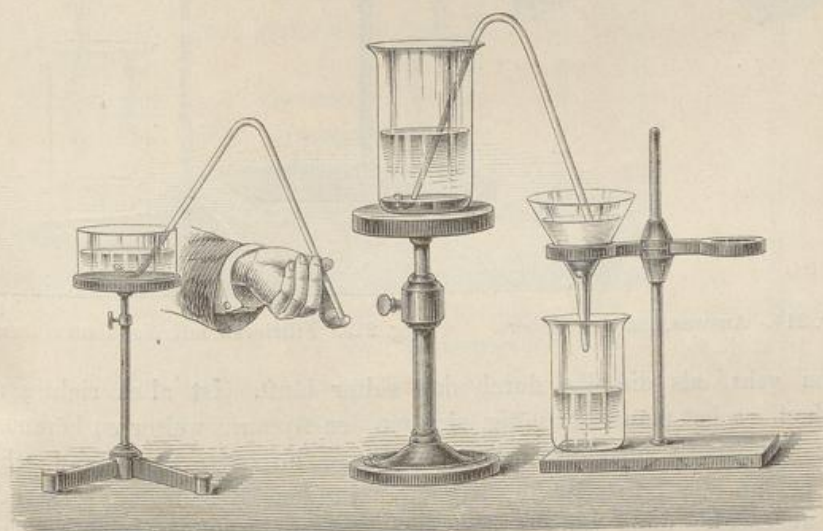


Fig. 212—213. Filtrieren mit dem Heber.

Um das Dekantieren ohne große Aufrührung der Niederschläge zu bewirken, bringt man das Gefäß, wenn es angeht, während des Absetzens in eine geneigte Lage, was bei Kolben sehr einfach durch Aufsetzen auf ein Filtriergestell oder einen Dreifuß geschehen kann (Fig. 211), und vermehrt dann die Neigung ganz allmählich; oder man

bedient sich auch eines am kürzeren Ende hakenförmig umgebogenen Hebers, welchen man mit destilliertem Wasser vollsaugt, an der Ausflussspitze mit dem Finger verschließt (Fig. 212) und in das neben dem Filtriertrichter aufgestellte Becherglas so einsetzt, daß das hakenförmig gebogene Ende etwas über die Oberfläche des Niederschlags herausragt (Fig. 213) (je nach der Dicke des letzteren wählt man unter den verschiedenen Hebern, die man vorrätig hat, einen passenden aus). Man entfernt nun den Finger und setzt das Filter unter. Die Spitze muß so fein ausgezogen sein, daß der Ausfluß der klaren Flüssigkeit nicht rascher von

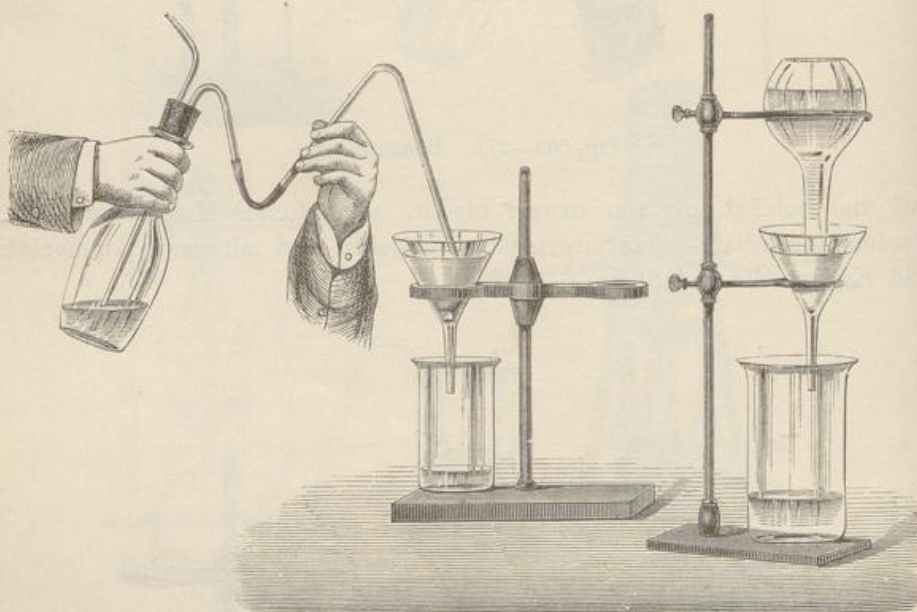


Fig. 214. Auswaschen des Hebers.

Fig. 215. Filtrieren mit Nachlaufkolben.

statten geht, als dieselbe durch das Filter läuft. Ist alles richtig angeordnet, so hat man nicht nötig, sich um den Apparat weiter zu kümmern, bevor der Heber aufgehört hat zu fließen. Um letzteren auszuwaschen, wird er mit der Spritzflasche, soweit er in dem Becherglase gestanden hat, abgespült; dann schiebt man auf das hakenförmig gebogene Ende einen kurzen reinen Kautschukschlauch, welchen man mit der Spritzflasche verbindet, und bläst Wasser hindurch auf das Filter (Fig. 214). Wenn nötig, übergießt man den Niederschlag im Becherglase nochmals mit kaltem oder heißem destilliertem Wasser, läßt absetzen, zieht durch den Heber ab etc., bis man schließlich den schon hierdurch teilweise ausgewaschenen Niederschlag mit der Spritzflasche in den Trichter spült.

Eine andere Art, um sich beim Filtrieren das fortwährende Nach-

gießen zu ersparen, läßt sich in folgender Weise ausführen. Die zu filtrierende Flüssigkeit samt Niederschlag wird in einen Kolben von entsprechender Größe gebracht, und dieser mit Wasser bis an den Rand vollgefüllt, worauf man ein kreisrund geschnittenes Stück Filtrierpapier, welches nur um wenig gröfser ist, als die obere Öffnung des Kolbens, auf letzteren auflegt, so daß keine Luftblase darunter bleibt und der Rand der Öffnung überall gut berührt wird. In diesem Zustande kann man den Kolben bekanntlich umkehren, ohne daß etwas herausläuft. Der Filtriertrichter ist vorher richtig aufgestellt und über ihm am Filtriergestell in passender Höhe ein Ring angebracht worden, welcher den Kolben zu tragen bestimmt ist. Die richtige Höhe muß vorher durch Probieren mit dem leeren Kolben bestimmt sein. Nachdem das Filter befeuchtet ist, wird der Kolben vorsichtig mit dem Halse nach unten durch den Ring gesteckt und schließlich durch sanftes Abziehen der Papierscheibe die untere Öffnung freigemacht (Fig. 215). Die Flüssigkeit im Filter stellt sich nun immer so hoch, daß sie den Kolben unten hydraulisch verschließt.

Ferner sei einer Einrichtung gedacht, mittels deren ROBINSON* die automatische Filtration bewirkt (Fig. 216). Über den langen Schenkel eines heberartig gebogenen Rohrs ist ein kurzes Stück Kautschukrohr geschoben, welches nur wenig über den Glasrand hinausragt. Eine kleine hohle Glaskugel mit gut ausgezogener und zugeschmolzener Spitze wird so, wie es die Figur zeigt, mit ihrer Spitze in den Heber hineingeschoben. Sie schwimmt auf der zu filtrierenden Flüssigkeit, und wenn diese einen genügend hohen Stand erreicht hat, verschließt das Rohr den Kautschukschlauch und unterbricht das Nachlaufen der Flüssigkeit. Beim Sinken öffnet sich der Heber von neuem u. s. f.

Besser ist die von AUGUSTUS E. KNORR** angegebene Einrichtung (Fig. 217). Der Apparat beruht auf dem Prinzip der MARIOTTE'schen

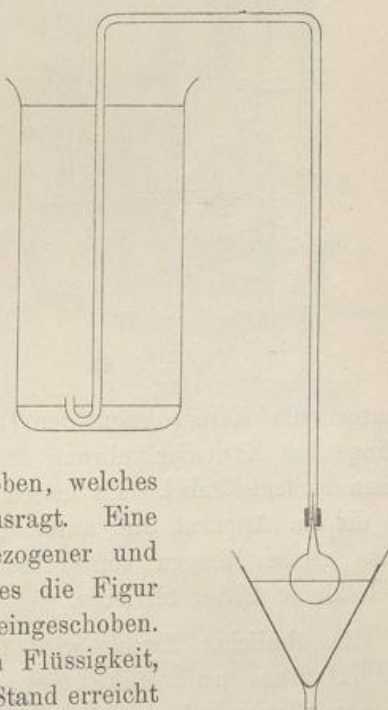


Fig. 216.

* *Chemical-News*, Bd. 48, S. 262. — *Chem. Centr.-Blatt* 1884, S. 94.

** *Journ. Amer. Chem. Soc.* 19, S. 817. — *Chem. Centr.-Blatt* 1897, II, S. 1092.

Flasche. Der Heber ist in einer Drahtschlinge mit Reibung verstellbar, welche auf dem die zu filtrierende Flüssigkeit enthaltenden Gefäß liegt. Das längere Ende ist unten etwas ausgeweitet und nimmt ein Ventil auf, dessen Konstruktion aus der Skizze ohne weiteres ersichtlich ist. Ist der Trichter mit Flüssigkeit gefüllt, so schwimmt die Ventilkugel auf dieser und verhindert den Nachfluß weiterer Flüssigkeit durch den Heber; ist sie im Trichter abgelaufen, so öffnet sich das Ventil. Die Nebenfigur

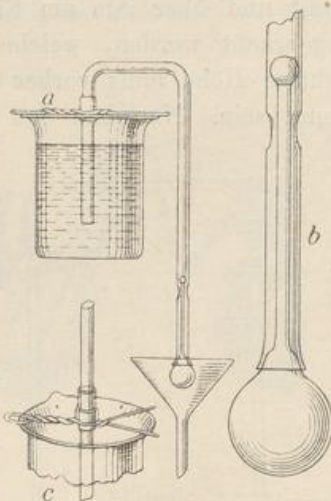


Fig. 217.

erläutert die Konstruktion der Drahtschlinge mit Kautschukführung für den kurzen Heberschenkel. Es lassen sich mit diesem Apparat auf automatische Weise große Mengen von Flüssigkeit durch kleine Filter filtrieren.

Ein ähnlicher Zweck wird durch den Filtrier- und Dekantierapparat von SAULMANN* erreicht (Fig. 218).

Ein Glasstutzen *e* ist am unteren Ende mit einem Hahnrohr *b* und seitlich mit einem knieförmig gebogenen Abflußrohr *s* verbunden, welches an seinem längeren Schenkel *r* ebenfalls einen Hahn *a* hat. Es ist an einem Stativ so befestigt, daß das Rohr *b* tief genug in die zu filtrierende Flüssigkeit eintaucht. An seinem oberen Ende ist der Stutzen durch *c* verschließbar. Nachdem der Apparat

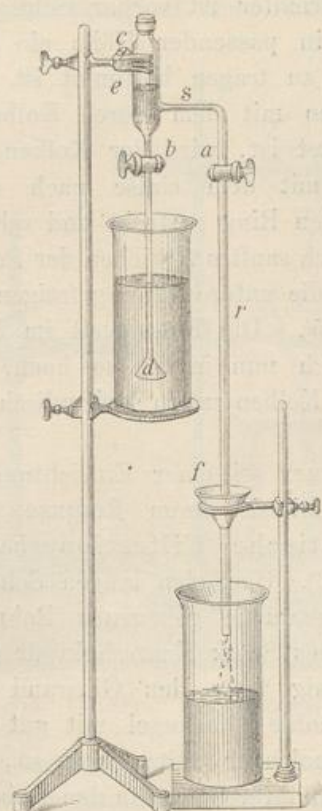


Fig. 218. Filtrier- und Dekantierapparat von SAULMANN.

* Chemiker-Ztg. Bd. 16. S. 183. — Chem. Centr.-Blatt 1892, I, S. 514.

so zusammengestellt ist, wie die Figur zeigt, füllt man bei geschlossenen Hähnen *a* und *b* den Stutzen mit Wasser, öffnet dann beide Hähne kurz, so daß sich die Röhren *b* und *r* mit Wasser füllen. Dann setzt man den Stöpsel *c* in das obere Ende des Stutzens ein und reguliert durch Stellung der Hähne *a* und *b* den Flüssigkeitsstrom, so daß er der Filtrationsgeschwindigkeit entspricht. Das Rohr *b* ist unten noch mit einer trichterförmigen Erweiterung *d* versehen. In diese kann man, wenn der Niederschlag in der Flüssigkeit sehr fein ist, noch ein zweites Filter *d* einbringen, und auf diese Weise die Flüssigkeit doppelt filtrieren.

Soll eine Flüssigkeit warm filtriert werden, so heizt man den Trichter von außen unter Benutzung eines Warmwassertrichters, welcher doppelte Wände hat und aus Blech besteht. Der Zwischenraum zwischen beiden wird mit heißem Wasser gefüllt und durch Erhitzen eines seitlichen Ansatzrohrs die Temperatur desselben immer bis nahe beim Sieden erhalten. Der eigentliche Filtriertrichter steckt in diesem Blechtrichter und ragt mit seiner Röhre unten durch.

Denselben Zweck erreicht man, wenn man den ganzen Trichter außen mit einem dünnen weichen Zinnrohr, wie es im Handel unter dem Namen „Klingelrohr“ zu pneumatischen Klingeln verwendet wird, umwickelt und während der Filtration Dampf hindurch leitet.

Eine Vorrichtung zum Heißfiltrieren mit Luftheizung nach dem Prinzip von LOTHAR MEYER ist in Figur 219 abgebildet. Der Trichter hängt, durch eingelegte Porzellanstäbe gehalten, in einem Mantel von Kupferblech, welcher von einem äußeren, gleichgestalteten und außerdem noch von einem cylindrischen umgeben ist. Die Erwärmung erfolgt durch eine Heizung mit kleinen Brenneröffnungen. Die warme Luft nimmt den durch die Pfeile angegebenen Weg und hält den Trichter gleichmäßig warm.

4. Filtrieren unter vermindertem Druck. Sehr beschleunigt kann das Filtrieren werden, wenn man den Luftdruck am unteren Ende des Trichters vermindert, so daß die äußere Luft durch den Überdruck, den sie auf die Oberfläche der Flüssigkeit im Trichter ausübt, letztere durchtreibt.

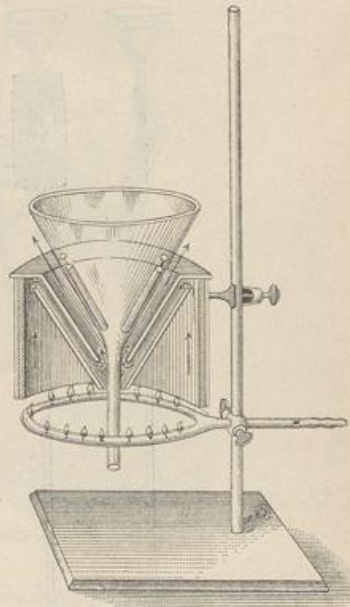


Fig. 219. Heißlufttrichter
nach L. MEYER.

Teilweise kann dieser Zweck schon dadurch erreicht werden, daß man das Abflußrohr des Trichters entsprechend verlängert, weil die mit beschleunigter Geschwindigkeit in der Röhre herabfließenden Tropfen eine saugende Wirkung ausüben. Um zu verhüten, daß das Abfließen nur an der einen Wand des Rohrs erfolgt, wodurch der Zweck verfehlt werden würde, macht man jenes entsprechend eng oder biegt es

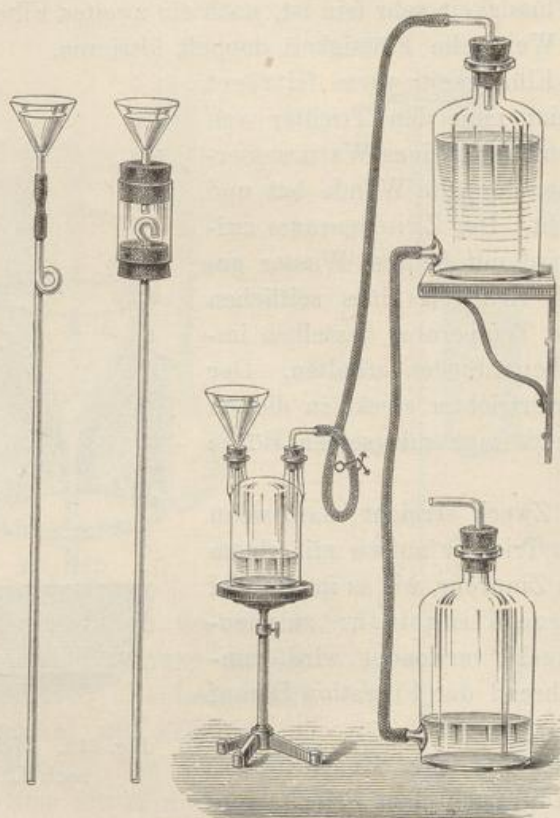


Fig. 220—221. Filtrieren unter vermindertem Druck I.

unterhalb des Trichters schleifenförmig um oder verbindet das unten kurz abgeschnittene Trichterrohr mit einer schleifenförmig umgebogenen Röhre (Fig. 220).

Wirksamer ist die Anwendung eines durch irgend eine Luftverdünnungsvorrichtung herzustellenden Vakuums. Zu diesem Behufe setzt man den Trichter mittels eines durchbohrten Korks auf eine Woulff'sche Flasche oder einen Glaskolben (Fig. 221—223) und bringt noch eine zweite, mit einer Pumpvorrichtung zu verbindende Röhre an. Schon bloßes Saugen mit dem Munde unter Anwendung eines Quetsch-

hahns (Fig. 222 und 223) ist von Wirkung und in vielen Fällen vollkommen ausreichend. Bequemer ist es, das Vakuum durch Wasserabfluß (vermittelt des Aspirators) oder einer solchen Vorrichtung, wie in Figur 221 abgebildet ist, herzustellen. Letztere besteht aus zwei hinreichend großen, nahe am Boden tubulierten Flaschen, welche durch einen langen Kautschukschlauch verbunden sind. Die eine wird mit Wasser gefüllt und höher aufgestellt als die andere. Indem aus ihr das Wasser nach der unteren fließt, übt sie eine saugende Wirkung aus. Man verbindet daher

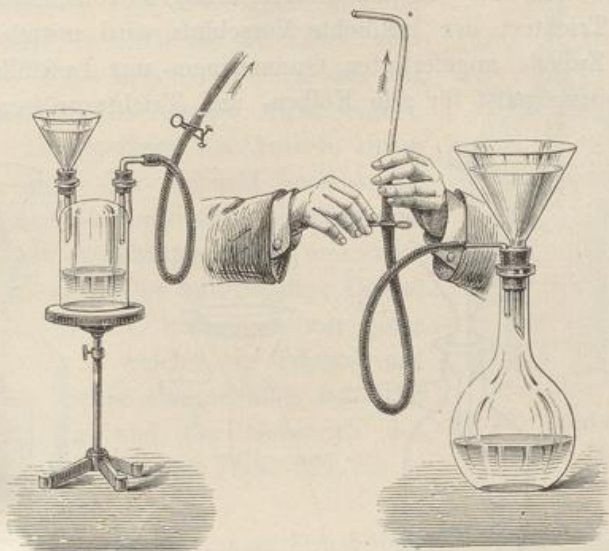


Fig. 222—223. Filtrieren unter vermindertem Druck II.

das Rohr der oberen Flasche mit der Filtrierflasche. Nach Ablauf des Wassers wechselt man die Stellung beider Flaschen und die Schlauchverbindungen derselben.

Wenn man im Besitze einer Wasserleitung ist, läßt sich zum Filtrieren unter vermindertem Druck mit größter Bequemlichkeit irgend eine Wasserluftpumpe (Fig. 56—67) oder auch das Saugrohr des Wassertrommelgebläses (Fig. 48, *V'*, *s*) benutzen. Einer näheren Anleitung hierzu bedarf es nach den am angeführten Orte gegebenen Erläuterungen nicht; nur ist zu beachten, daß man bei Öffnung des Saughahns mit Vorsicht verfährt, um das Filter nicht durch plötzlich eintretende, starke Druckverminderung zum Zerreißen zu bringen. Man drehe also den Saughahn ganz allmählich auf und verstärke das Vakuum langsam. Die Anwendung eines Präzisionshahns (s. w. unten) erweist sich hier sehr vorteilhaft.

Die zum Filtrieren zu benutzenden Kolben müssen starke Wände besitzen, um dem äußeren Luftdruck einen genügenden Widerstand

entgegenzusetzen. Man versieht sie, wie in Figur 223 dargestellt ist, mit einem gut passenden, doppelt durchbohrten Kautschukstöpsel für Trichter und Saugrohr.

Bessere Dienste leisten Flaschen, bei denen das Saugrohr gleich oben in den Hals angeschmolzen ist (Fig. 224), und noch mehr zu empfehlen ist die von ALLIHN* angegebene Konstruktion (Fig. 225) mit eingeschlifffenem Trichterrohr, bei welcher jede Korkverbindung umgangen ist.

Nach WALTHER** wendet man Absaugkolben von der in Figur 226 abgebildeten Form an. In den trichterförmigen Kolbenhals kommt der eigentliche Trichter; der luftdichte Verschluss wird mittels eines eigens zu diesem Zwecke angefertigten Gummiringes mit Luftfüllung erreicht. Ein Gummiring paßt für alle Kolben- und Trichtergrößen; durch das



Fig. 224.

Fig. 225.

Fig. 226.

Fig. 227

Flaschen zum Filtrieren unter vermindertem Druck.

Eigengewicht des aufgesetzten Trichters wird der Ring zusammengedrückt und bildet nach dem Verbinden mit der Luftpumpe einen unbedingt dichten Verschluss. Die Elastizität des Ringes paßt sich selbst unregelmäßig gebildeten Formen an. Auch erleichtert die Ringvorrichtung das Herausnehmen und Umwechseln der Trichter, da andererseits bei gefälligerer Form der Rauminhalt des Kolbens und seine Stabilität vergrößert werden. Das Absaugrohr ist erheblich verkürzt und ausgezogen.

Um das Filtrat gleich in einem Becherglase aufzufangen, benutzt man

* Zeitschrift für analytische Chemie, Bd. 26, S. 721. — Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 360.

** Pharm. Centr.-Halle, 39, S. 550. — Chem. Centr.-Blatt 1898, II, S. 570.

nach BURGEMEISTER* eine Filtrierglocke (Fig. 227), welche mit ihrem unteren ebengeschliffenen Rand auf eine Glasplatte luftdicht aufgesetzt ist. Das untere Ende des Trichterrohrs ist seitwärts umgebogen, damit die Flüssigkeit am Rande des Becherglases herabläuft, ohne zu spritzen.

Die Filtriervorrichtung von O. N. WITT** dient gleichem Zwecke, sie ist brauchbar, wenn es sich darum handelt, eine Flüssigkeit mit der Wasserstrahlpumpe zu filtrieren, das Filtrat aber in einem Gefäße aufzufangen, welches sich zur Verbindung mit der Luftpumpe nicht eignet, z. B. in einem dünnwandigen Kochkolben, einem Becherglase u. dgl. Der Apparat besteht aus einem dickwandigen, cylindrischen Gefäße, welches ein seitliches Ansatzstück zur Verbindung mit der Pumpe trägt. Der halbkugelige Deckel ist luftdicht aufzusetzen und oben mit einer Tubulatur versehen, in welche ein Trichter mit seinem verdickten Rohre eingeschliffen ist. Die sonstige Einrichtung und der Gebrauch des Apparats ergibt sich aus der Figur 227.

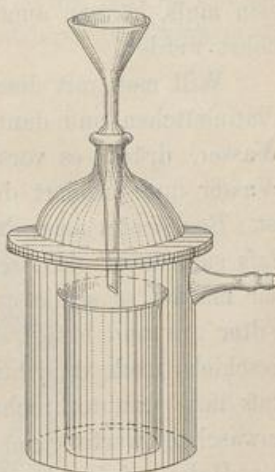


Fig. 228. Filtriervorrichtung von O. N. WITT.

In allen Fällen, wo man unter Druckdifferenz filtriert, ist es nötig, dem Filter an der unteren Spitze im Trichter eine solche Unterlage zu geben, daß es hinreichend geschützt ist. Bei mäßig starker Luftverdünnung genügt schon die Anwendung eines doppelten Filters oder wenigstens die Verdoppelung der Spitze. Man schiebt zu diesem Zwecke, nachdem man das Filter halbkreisförmig gebrochen hat, noch ein kleines kreisförmig ausgeschnittenes Stück Filtrierpapier über den Mittelpunkt des Halbkreises (Fig. 190 c) und vollendet hierauf das Filter. Auch lassen sich mit Vorteil Filter anwenden, deren untere Spitze durch Eintauchen in Salpetersäure widerstandsfähiger gemacht ist (s. oben S. 155 „Festes Filtrierpapier“). Bei Anwendung des Wassertrommelgebläses und der Wasserluftpumpe genügt dieser Schutz nicht. Deshalb fertigt man sich nach BUNSEN's Vorschlag kleine kegelförmige Hütchen aus Platinblech, welche genau in die Spitze des Trichters hineinpassen. In allen Fällen muß das

* Zeitschrift für analytische Chemie, Bd. 281, S. 676. — Chem. Centr.-Blatt 1890, I, S. 626.

** Die Chemische Industrie, Bd. 22, S. 510. — Chem. Centr.-Blatt 1900, I, S. 1.

Papierfilter überall ganz dicht an der Wand des Trichters anliegen, damit nicht Luft zwischen beiden hindurchgesaugt und dadurch das Vakuum unwirksam werde; auch soll die Spitze des Papierfilters genau in der Spitze des Platinhütchens endigen. Letzteres hat bei kleinen Trichtern nur eine feine Öffnung in seiner untersten Spitze, bei größeren Trichtern, wobei es natürlich entsprechend größer und aus stärkerem Blech gemacht sein muß, können auch die Seitenwände mit sehr feinen Öffnungen durchbohrt werden.

Will man mit diesem Apparate filtrieren, so legt man zuerst das Platinhütchen und dann das Filter sorgfältig ein, befeuchtet letzteres mit Wasser, drückt es vorsichtig an die Glaswand, füllt es mit destilliertem Wasser und probiert durch Öffnen des Saughahns, ob alles in Ordnung ist. Beobachtet man, daß das Wasser ruhig und rasch unten abfließt, ohne daß sich dabei ein zischendes Geräusch (von eintretender Nebenluft) hörbar macht, so schließt man den Saughahn, gießt das Wasser aus dem Filter aus und bringt die zu filtrierende Flüssigkeit hinein. Das Abfließen geschieht nach vorsichtiger Öffnung des Hahns in der Regel so schnell, daß man ununterbrochen nachgießen kann. Um den Niederschlag auszuwaschen, wartet man, bis alle Flüssigkeit ausgesogen ist, schließt den Hahn, gießt den Trichter mit destilliertem Wasser voll und öffnet vorsichtig u. s. f.

Bei Anwendung der Wasserluftpumpe, sei es der BUNSEN'schen oder der ARZBERGER-ZULKOWSKY'schen, ist es immer geraten, der Sicherheit halber ein Rückschlagsventil einzuschalten, damit bei etwaigem Zurückschlagen der Pumpe das Wasser nicht in den zu evakuierenden Apparat eindringe. Zu empfehlen ist die von H. WISLICENUS* angegebene, in Figur 229 abgebildete Form, welche dem BUNSEN'schen Kautschukventil nachgebildet ist. Dies Ventil ist aus starkwandigem Glase konstruiert und besteht aus zwei Teilen, dem inneren *A*, der mit dem auszupumpenden Gefäß verbunden wird, und dem äußeren an dem Schlauch der Pumpe zu befestigenden *B*. Die untere Erweiterung *f* von *A* paßt in den oberen Teil von *B*, wo sie mit dickem Schmierwachs gut eingefettet wird. In den ausgebogenen Rand von *B* legt sich ein zwischen *k* und *f* übergeschobener Ring aus massivem, weichem Kautschuk von kreisförmigem Querschnitt beim Ansaugen fest ein und bewirkt vollkommene Dichtung. *A* setzt sich bei *e* in eine engere unten zugeschmolzene Röhre fort, welche bei *o* eine seitliche Öffnung hat. Über diese wird ein in der Weise, wie die Figur zeigt, ausgeschnittenes Stück dünnwandigen Kautschukrohrs

* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 23, S. 3292. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891. I, S. 1.

geschoben, welches sich beim Saugen von der Öffnung abhebt, und beim Rückschlagen der Pumpe dieselbe verschließt. Ist ein solcher Zufall eingetreten, so löst sich der Verschluss bei *r*, und das Wasser kann leicht entfernt werden.

5. Filtrieren bei Abschlufs von Luft in einem indifferenten Gase, nach BACHMEYER.* In den Hals der Flasche *A* (Fig. 230) ist das untere Ende des Gefäßes *B* eingeschliffen. Letzteres ist durch einen

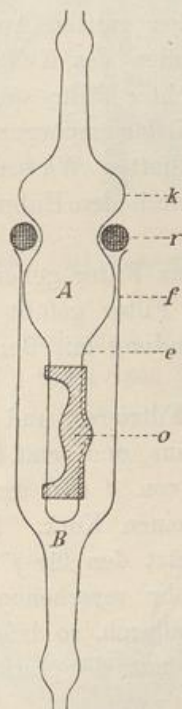


Fig. 229. Rückschlagventil nach
H. WISLICIENUS.

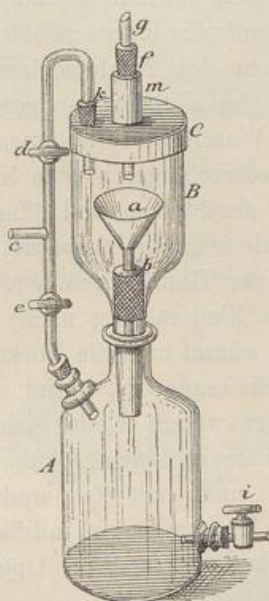


Fig. 230. Filtrieren bei Abschlufs
von Luft.

aufschaubaren Messingdeckel luftdicht zu verschließen. In diesem Deckel stecken ebenfalls luftdicht ein Messingrohr *m* und durch den Stöpsel *k* ein, wie die Figur zeigt, gebogenes Rohr mit Hähnen, welches nach dem seitlichen Tubus von *A* führt. In *m* ist durch den Stöpsel *f* ein Glasrohr *g* eingesetzt, so daß es darin auf- und abgeschoben werden kann. Es ist nach oben zweimal rechtwinkelig wie Π gebogen und führt zu einem Kolben,

* *Zeitschrift für analytische Chemie*, Bd. 24, S. 59. — *Chem. Centr.-Blatt* 1885, S. 230.

in welchem sich die zu filtrierende Flüssigkeit mit Niederschlag befindet. Dieser hat einen dreifach durchbohrten Kork; durch die eine Öffnung desselben geht das Rohr *g*, durch die mittlere eine Trichterröhre und durch die dritte ein umgebogenes Glasrohr, welches mit einem Gasentwicklungsapparat verbunden ist. Während die Mündung des Rohrs *g* im Kolben, in welchem sich der zu filtrierende Niederschlag befindet, sowie das Gaszuleitungsrohr über dem Niveau der Flüssigkeit stehen, taucht die Trichterröhre in dieselbe ein. Soll filtriert werden, so verbindet man das Röhrenstück *c* mit der Wasserluftpumpe, öffnet den Hahn *e* und leitet zugleich das indifferente Gas einige Zeit lang durch den ganzen Apparat; dann schiebt man die Röhre *g* bis fast auf den Boden des Kolbens, welcher den Niederschlag enthält, worauf sich der Trichter füllt; sobald dies geschehen ist, muß die Röhre selbstverständlich wieder emporgezogen werden. Zum Waschen des Niederschlags wird destilliertes Wasser durch das Trichterrohr des Kolbens nachgegossen, und durch den Hahn *i* kann man Filtrat und Waschwasser ablassen.

Für Niederschläge, welche leicht durch das Filter gehen, läßt man den Hahn *e* geschlossen und öffnet *d*, bis das Filter gefüllt ist; hierauf wird *d* geschlossen, der Apparat außer Verbindung mit der Luftpumpe gesetzt und der Hahn *e* geöffnet.

Um den Niederschlag nach vollendetem Filtrieren und Auswaschen zu trocknen, nimmt man die Korke *k* und *f* heraus, und setzt dafür andere luftdicht schließende ein, trennt das Gefäß *B* von *A* und verschließt das trichterförmige untere Ende ebenfalls durch einen Kork. Dann bringt man das Ganze in einem Luftbad unter, ersetzt den für *f* eingesetzten Kork durch einen mit Zu- und Ableitungsrohr versehenen und leitet während des Trocknens ein indifferentes Gas hindurch, so daß der Niederschlag während der ganzen Operation nicht mit der Luft in Berührung kommt.

6. Kolieren. Zur Trennung mancher Niederschläge ist es geraten, an Stelle des Filtrierpapiers ein Stück leinenen oder wollenen Zeuges (Kolatorium) anzuwenden. Dasselbe wird durch das Tenakel (Fig. 231) gehalten: ein aus vier rechtwinkelig zusammengesetzten Stäben bestehender hölzerner Rahmen, der an den Kreuzungsstellen der Stäbe kurze, aufrechtstehende, dünne, cylindrische, oben zugespitzte Stifte hat. Man legt ihn über das Gefäß, welches die ablaufende Flüssigkeit aufnehmen soll, und spannt das Filtriertuch über die Stifte; dann bringt man den zu filtrierenden Brei darauf und läßt ruhig abfließen, wobei man durch Rühren mit dem Spatel oder Löffel (Fig. 232) etwas nachhelfen kann. Da die Flüssigkeit freiwillig meist sehr unvollkommen abläuft, muß man sie durch Aus-

drücken vollends beseitigen. Dies geschieht, indem man das Kolatorium zuerst von zweien der haltenden Stifte löst, die freigewordene Seite des Kolatoriums bis zum gegenüberliegenden Rande desselben bringt, dann

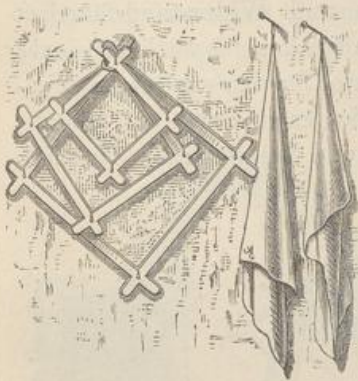


Fig. 231. Tenakel und Kolatorien.

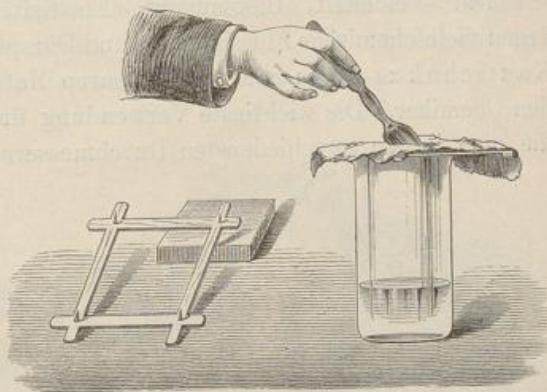


Fig. 232. Kolieren.

zwei- oder dreimal durch Einbrechen des Randes zusammenfaltet (Fig. 233), das Koliertuch ganz vom Tenakel abnimmt und die beiden Enden, die

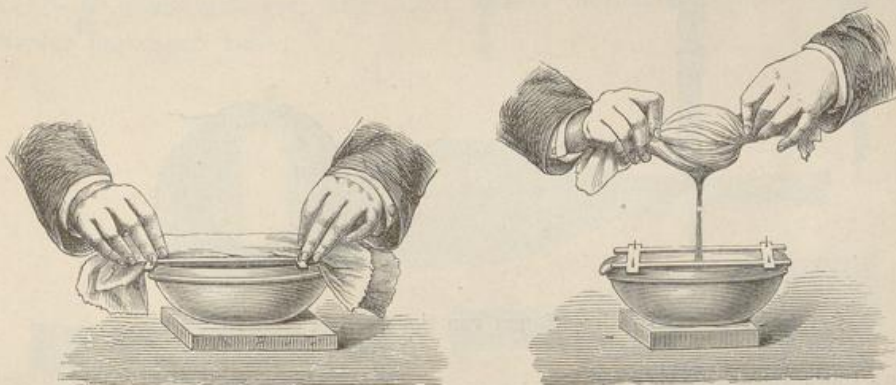


Fig. 233—234. Auspressen des Kolatoriums.

man in der Hand hält, in entgegengesetzter Richtung zusammendrehet (Fig. 234), bis man zuletzt unter immer mehr gesteigerter Kraftanwendung den Inhalt so trocken wie möglich preßt. Da die kolierte Flüssigkeit nicht klar ist, muß man sie nachträglich, wenn nötig, durch Papier filtrieren.