



Technik der Experimentalchemie

Arendt, Rudolf

Hamburg [u.a.], 1900

Abdampfen und Trocknen

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

zusammengezogen. Der Stift *G* ragt in eine ausgefräste Rinne des verdeckten Teils vom Stiel *BE* hinein und verhindert die Drehung der Klemmplatte *D* um ihren Stiel *BE*. Mittels einer Nuß kann die Klemme auf jedem Stativ festgeschraubt werden. Sie lässt sich leicht zerlegen und putzen.

ABDAMPFEN UND TROCKNEN.

Das Abdampfen von Flüssigkeiten und Lösungen geschieht in Schalen aus Porzellan oder emailiertem Eisenblech entweder über freiem Feuer oder in sogenannten Bädern (Wasserbäder, Luftbäder). Letztere werden auch zum völligen Trocknen von Abdampfungsrückständen oder feuchten Niederschlägen auf Filtern benutzt.

1. Abdampfen über freiem Feuer. Dies geht zwar rascher von statthen, als das Abdampfen in Bädern, verlangt aber größere Aufmerksamkeit, wenn nicht beständige Überwachung. Man erhitze die Flüssigkeit höchstens zum gelinden Sieden und erhalte dieses durch passende Regulierung der Flamme. Gute Dienste leisten hierbei die Abdampföfen mit Heizschlange (Seite 106, Fig. 95 und 96), deren Flämmchen den Boden der Schale nicht berühren dürfen. Benutzt man andere Lampen, so kann leicht Überhitzung an einzelnen Stellen und in folgedessen Anlegen fester Substanz unter Zersetzung derselben eintreten, was bei Mangel an Aufsicht in der Regel zu einem Springen der Schale führt. Hat man größere Mengen Flüssigkeit abzudampfen, so sichert man sich hiergegen durch Benutzung eines Rührwerks, welches man mittels der RABE'schen Turbine treibt. Scheidet die Lösung feste Substanz ab, so ist es stets geraten, das Abdampfen im Wasser- oder Luftbade zu vollenden.

Flüssigkeiten, welche brennbare Dämpfe entwickeln, soll man nie über freiem Feuer, sondern immer nur im Wasserbade unter Einhaltung der weiter unten anzugebenden Vorsichtsmaßregeln abdampfen.

2. Beschleunigung des Abdampfens. Das Abdampfen von Flüssigkeiten wird wesentlich beschleunigt, wenn man für schnelle Entfernung der Dämpfe sorgt, was namentlich beim Verdampfen ohne Sieden von Wichtigkeit ist. In sehr einfacher Weise erreicht man dies nach VOGEL*,

* *Repert. der analytischen Chemie.* — *Chem. Centr.-Blatt* 1883, S. 357.

wenn man dicht über der Oberfläche der Flüssigkeit einen umgekehrten Trichter aufstellt und die Röhre desselben mit der Wasserluftpumpe verbindet. Noch wirksamer wird die Vorrichtung, wenn man die Trichterröhre ganz absprengt und dafür mittels Kork ein Glasrohr einsetzt, dessen inneres Ende mit der Ebene des oberen Trichterumfangs abschneidet. Die Dämpfe sind dann gezwungen, durch dieses Rohr abzuziehen und der Ersatz der frischen Luft erfolgt, indem dieselbe von allen Seiten des Trichterumfangs einströmt und dicht über die Flüssigkeit nach dem Centrum strömt.

Statt des Trichters kann man auch nach KALECSINSKY eine große Retorte (Fig. 380 *A*) anwenden, deren untere Bauchhälfte abgesprengt ist. Man

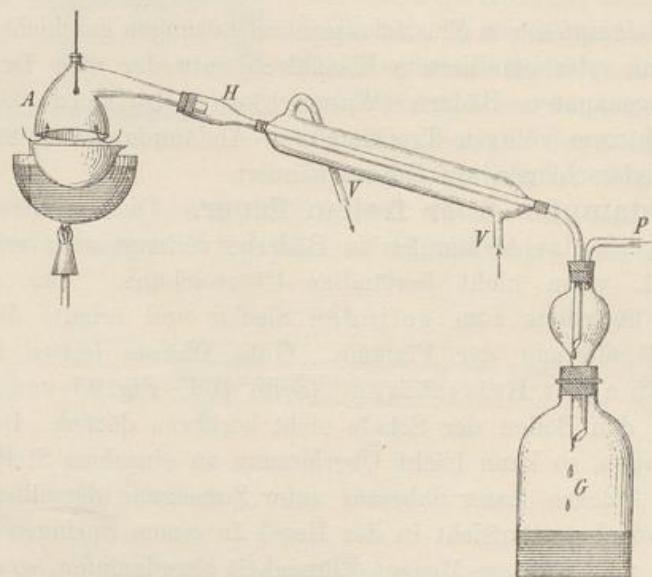


Fig. 380. Beschleunigung des Abdampfens nach KALECSINSKY.

klemmt den Hals in einen Retortenhalter und verbindet ihn mit der Luftpumpe. Diese Einrichtung ist besonders vorteilhaft beim Abdampfen von Flüssigkeiten, deren Dämpfe brennbar sind, z. B. von Schwefelkohlenstoff-, Benzin- oder Ätherlösungen in offenen Schalen. Man verbindet dann den Retortenhals nicht direkt mit der Luftpumpe, sondern mit einem Kühlrohr *H*, das untere Ende des letzteren mit einem geeigneten Vorstofs und erst diesen bei *P* mit der Luftpumpe, ganz wie bei der Destillation im Vakuum (s. weiter unten). Auf diese Weise gewinnt man das abzudampfende Lösungsmittel in der Vorlage *G* wieder.

3. Abdampfen durch Oberhitze. Eine Abdampfmethode, welche alle Übelstände bei der gewöhnlichen Art des Erhitzen von unten

(Stoszen, Spritzen, Anbrennen etc.) ausschließt, ist von HEMPEL* angegeben (Fig. 381). Hierbei werden die Flüssigkeiten von oben erhitzt, und zwar dient hierzu der bekannte SIEMENS'sche Regenerativbrenner mit umgekehrter Flamme, welcher in verschiedenen Größen zur Anwendung kommen kann. Derselbe (A) saugt bekanntlich die Luft von unten ein und führt sie durch das Rohr B ab. Die Abdampfschale steht

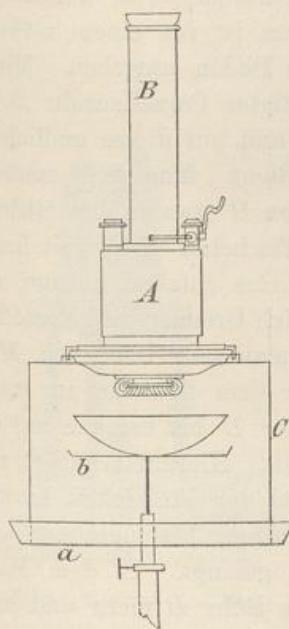


Fig. 381. Abdampfen durch Oberhitze in Schalen nach HEMPEL.

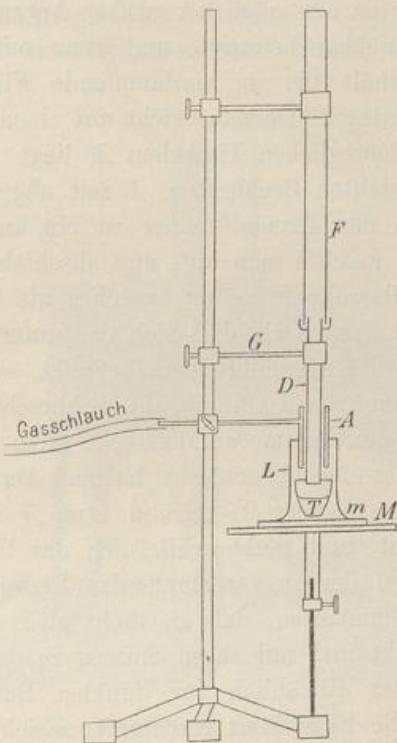


Fig. 382. Abdampfen mit Oberhitze in Tiegeln nach HEMPEL.

auf einem Tischchen *b*, welches zugleich unterhalb desselben den flachen Napf *a* trägt; *b* kann unabhängig von *a* gehoben und gesenkt werden. *C* ist ein Glascylinder, welcher in *a* steht und durch Umschütten von Seesand an seinem unteren Rande gedichtet wird. Durch Senken des Napfes *a* mit *C* wird *C* oben geöffnet, worauf man die Schale einsetzt. Dann dreht man die Flamme des Brenners ganz zurück, bringt *C* wieder in seine frühere Stellung, reguliert die Flamme und gleichzeitig durch

* Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft, Bd. 21, S. 900. — Chem. Centr.-Blatt 1888, S. 568.

Heben oder Senken von *b* die Stellung der Schale. Das Abdampfen erfolgt sehr rasch. Da die Flamme mit der Schale hier gar nicht in Beührung kommt, so kann letztere aus beliebigem Material hergestellt werden, z. B. aus Holz oder Papiermasse und dergleichen, was für manche Zwecke von Vorteil ist.

Derselbe Chemiker* hat den Apparat auch zum Abdampfen aus ganz kleinen Gefäßen in geeigneter Weise modifiziert. Auf einem festen Stativ ist ein möglichst großer Argandbrenner *A* durch ein Schlauchrohr verschiebbar befestigt, und zwar mit den Brennöffnungen nach unten. *T* enthält die zu verdampfende Flüssigkeit in einem Porzellan- oder Platintiegel. Derselbe steht auf einem Stück Asbestpappe *m*, welches auf dem beweglichen Tischchen *M* liegt. Das Ganze ist von einem verkehrt aufgestellten Becherglase *L* mit abgesprengtem Boden umgeben. Mitten durch den Argandbrenner ist ein an *G* befestigtes Porzellanrohr *D* geführt, welches man auf- und abschieben kann, und auf dieses endlich ist ein Glasrohr *F* gesetzt, welches als Zugrohr dient. Man hebt zunächst *D* mit *F* so hoch, daß sich das untere Ende von *D* etwa in der mittleren Höhe des Argandbrenners befindet, senkt das Tischchen *M* so weit herab, daß man nach Öffnung des Schlauchhahns das Gas entzünden kann, und zieht die Flamme anfangs sehr klein ein, bis sich Brenner und Porzellanrohr genügend erwärmt haben. Dann hebt man das Tischchen *M* so hoch, daß der Tiegelrand etwa 7 mm unter dem Brenner zu stehen kommt, und senkt schließlich das Porzellanrohr *D* bis beinahe auf den Spiegel der zu verdampfenden Flüssigkeit herab. Hierauf reguliert man die Flamme so, daß sie dicht über den Spiegel der Flüssigkeit hinwegstreicht und mit ihren Spitzen in das Porzellanrohr hineingezogen wird, welches allmählich zur dunklen Rotglühhitze gelangt. In dem Mafse, wie die Flüssigkeit verdampft, schiebt man das Rohr *D* mehr und mehr in den Tiegel hinein. Bei dieser Einrichtung kann man während des Abdampfens das Abdampfgefäß sogar von außen kühlen, indem man es in eine Schale mit Wasser setzt und letzteres in dem Mafse, wie es verdampft, durch eine Pipette ersetzt. Man hat auf diese Weise ein Wasserbad mit Oberhitze.

4. Luftbäder, Trockenöfen, Trockenschränke. Ein Luftbad der einfachsten Form zum Abdampfen von Flüssigkeiten und Trocknen von Rückständen stellt man sich her, wenn man die Abdampf-, bezw. Trockenschale in eine eiserne Schale mit tieferer Wölbung setzt, so daß zwischen beiden Schalen ein mehr oder weniger großer Luftraum bleibt.

* Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft, Bd. 22, S. 2479. — Chem. Centr.-Blatt 1889, II, S. 1010.

Die Erwärmung erfolgt gleichmässig und die Hitze lässt sich allmählich bis zur gewünschten Höhe steigern.

Die gewöhnlichen Luftbäder haben die Form eines Cylinders (Fig. 383) oder eines Kastens (Fig. 384). Jenes dient zum Einsetzen von Filtern oder Gläsern oder kleineren Tiegeln, dieses für Schalen etc. Die Einrichtung kommt im wesentlichen darauf hinaus, dass man innerhalb eines von Metallwänden eingeschlossenen, an einer Seite oder von oben zu öffnenden Raumes ein Metallgestell zum Tragen der einzusetzenden Apparate anbringt und in das Innere die Kugel eines Thermometers einführt, dessen Skala man außerhalb ablesen kann.

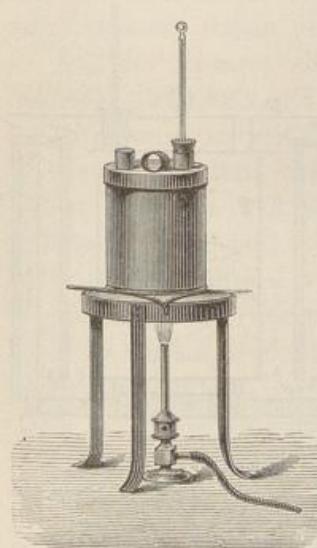


Fig. 383. Kleines Luftbad.

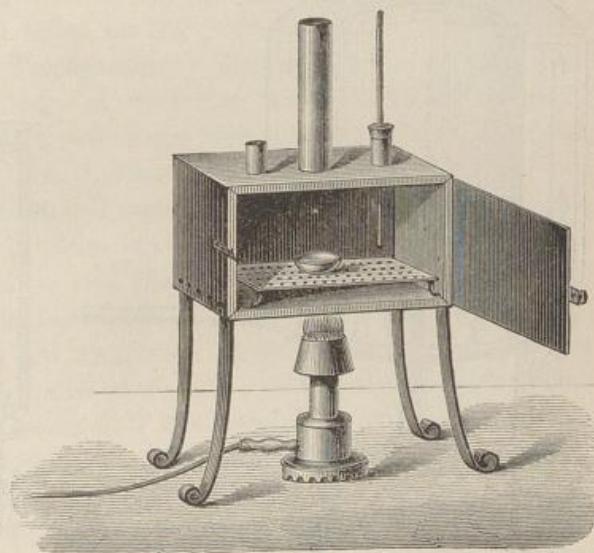


Fig. 384. Großes Luftbad.

Diese Luftbäder sind ziemlich unvollkommen und haben mancherlei Übelstände, deren hauptsächlichster darin besteht, dass die Temperatur in den verschiedenen Höhenschichten des Heizraums verschieden ist. Nach einem von LOTHAR MEYER* zuerst für diesen Zweck benutzten Prinzip lässt sich Gleichförmigkeit der Temperatur im ganzen, selbst ziemlich grossen Raum dadurch erzielen, dass man, wie er vorschreibt, „nie von unten, sondern nur von der Seite und von oben erhitzt, auch die Flamme nirgendwo das Metall direkt berühren lässt, sondern den zu erwärmenden Raum nur mit den mit möglichst wenig überschüssiger Luft gemischten heißen Verbrennungsprodukten der Flamme in der Art um-

* Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft, Bd. 16, S. 1087 und Bd. 22, S. 879. — Chem. Centr.-Blatt 1883, S. 769 und 1889, I, S. 562.

giebt, dass diese in dreifacher Schicht, von außen nach innen strömend, ihn ringsum einhüllen, und die äußerste heißeste Schicht durch einen Mantel aus schlechten Wärmeleitern vor allzu großen Wärmeverlusten geschützt wird.“

Die nach diesem Prinzip konstruierten Luftbäder bestehen aus vier konzentrischen Cylindern, von denen der innerste als Trockenraum dient, und für gewisse Zwecke entfernt werden kann. Der Doppelmantel *M* (Fig. 385 u. 386) ist aus gebranntem Thon gefertigt und dient als

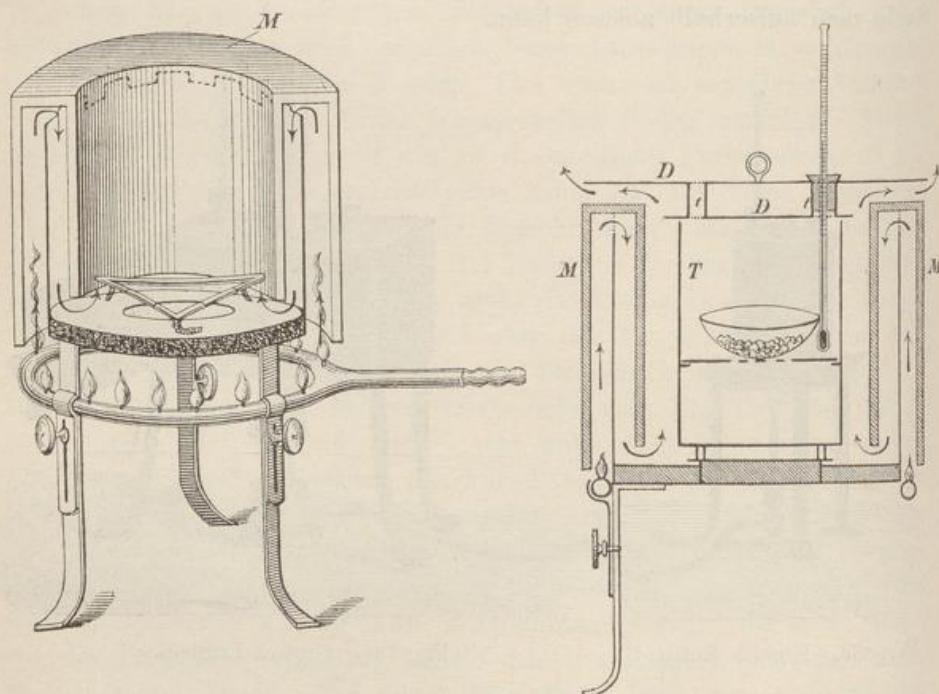


Fig. 385. Luftbad mit Ringbrenner nach LOTHAR MEYER. Fig. 386.

schlechter Wärmeleiter. In den hierdurch gebildeten Zwischenraum schiebt sich von unten her ein dritter Cylinder aus starkem Eisen- oder Kupferblech; er hat einen doppelten Boden und in diesem eine Öffnung, welche durch eine mit Bajonettchluss einzusetzende gut passende, ebenfalls doppelwandige Scheibe verschlossen werden kann. Dieser Teil ruht auf drei festen Füßen, welche zugleich den Heizring tragen, den man durch Schrauben je nach Bedarf höher oder tiefer stellen kann. Der Deckel *D* ist doppelwandig und hat zwei Öffnungen, *tt*, durch welche man einen Thermoregulator (s. unten), ein Thermometer oder Röhren für Gaszuleitung und dergleichen einführen kann. Der Heizring ist ein-

faches Gasrohr mit kleinen Bohrlöchern. Wie die Figur zeigt, strömen die heißen Verbrennungsgase in der Richtung der Pfeile durch die Zwischenräume der vier Cylinder und geben dem zu heizenden Innenraum eine ganz gleichmässige Temperatur. Hier kommt es nach den Angaben des Erfinders vornehmlich darauf an, daß diese Kanäle, durch welche die warmen Gase zirkulieren, sehr eng sind. Sie sollen, wenn die Brennlöcher des Heizringes 2—3 mm Durchmesser haben, nicht weiter als etwa 10 mm sein, damit nicht überschüssige Luft in den Apparat tritt: ein brennender Span soll in den aus *D* austretenden Gasen verlöschen. Durch Verkleinerung und Vergrößerung der Flammen, sowie durch Auf- und Abschrauben des Ringes läßt sich die Temperatur innerhalb sehr weiter Grenzen regeln und selbst bis auf 500° steigern.

Soll der Apparat als Trockenschrank dienen, wie die gewöhnlichen Luftbäder (Fig. 383 und 384), so wird der innere Cylinder eingesetzt und das Ganze so arrangiert, wie Figur 386 zeigt. Entfernt man den Cylinder *T*, so läßt sich das Luftbad mit Vorteil zum Erhitzen von Kolben, Retorten und dergleichen benutzen, welche man auf ein eingesetztes Drahtdreieck stellt oder von oben her durch einen passenden Halter einhängt. Diese Gefäße sind dann allseitig nur von heißer, durchaus gleichmäßig erwärmer Luft umgeben, können also an keiner Stelle überhitzt werden, wodurch das Anbrennen fester Stoffe, das Springen der Gefäße und andere Unfälle vermieden sind. Zum besseren Zusammenhalten der Hitze wird für diesen Fall der gewöhnliche Deckel durch zwei oder mehrere halbkreisförmige, in der Mitte ausgeschnittene Bleche ersetzt, welche den Hals des Kolbens durchgehen lassen.

Zum Erhitzen von Tiegeln und kleinen Gefäßen eignet sich das auf demselben Prinzip beruhende kleine Luftbad von L. MEYER, welches in Figur 387 abgebildet ist. Man kann hiermit, wenn der Flammenring *F* ganz herabgeschraubt ist, in einem in *J* eingesetzten Tiegel eine Flüssigkeit ohne Sieden zum raschen Abdampfen bringen und durch allmähliches Heraufschrauben von *F* die Hitze bis nahe zum Siedepunkt der konzentrierten Schwefelsäure steigern. In dieser Weise geht das Abdampfen ganz ruhig und ohne Gefahr des Verspritzens von Flüssigkeit von statt. Der Mantel *M* und der Deckel bestehen aus gebranntem Thon.

Da die Luftbäder auf allen Gebieten der Laboratoriumspraxis wichtige Anwendung finden, so ist es begreiflich, daß sie bei der fortschreitenden Entwicklung derselben in mannigfacher Weise modifiziert worden sind, je nachdem sie verschiedenen Zwecken dienen sollen. In der That existiert eine sehr große Zahl von Konstruktionen der verschiedensten Art. Für die Experimentalchemie (und nicht nur für diese) dürften indes

nach meinen Erfahrungen die MEYER'schen Luftbäder den Vorzug verdienen. Ich sehe deshalb von einer Beschreibung anderer Formen ab und beschränke mich auf eine Angabe derjenigen, welche in den letzten Jahren empfohlen worden sind.* Dagegen sei noch des folgenden Apparats gedacht, der beim Experimentieren nicht unwesentliche Dienste leisten kann:

Das Drahtnetzluftbad von MUCK** hat die in Figur 388 dargestellte Einrichtung, welche aus der Zeichnung leicht verständlich ist. Ein vierseitiger Rahmen aus Bandeisen ist 3 em hoch, 60 em lang und 20 cm breit und steht auf vier Füßen. Er hat einen Boden aus Drahtnetz mit 144 Maschen auf 1 qcm, bei etwa 0,3—0,4 mm Drahtstärke und außerdem

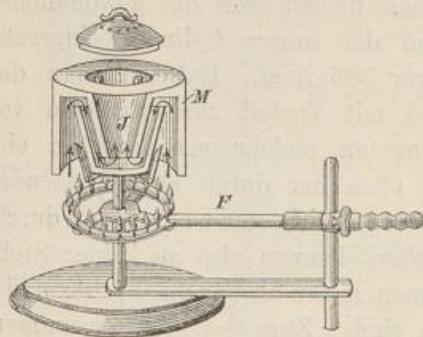


Fig. 387. Kleines Luftbad für Tiegel
nach L. MEYER.

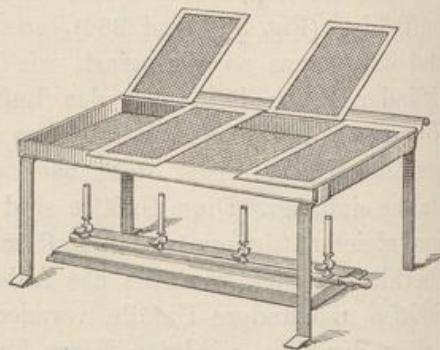


Fig. 388. Drahtnetzluftbad
nach MUCK.

noch vier Drahtnetzdeckel. Auf dem unteren Boden lassen sich mittels der untergesetzten BUNSEN'schen Brenner Flüssigkeiten stark und auf den Deckeln gelinde erhitzen.

Thermoregulatoren. Luftbäder erfüllen ihren Zweck nur unvoll-

* Luftbad mit Dampf zu heizen von A. J. BANKS (*Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 1225).

Säurefester Trockenschrank mit Wänden und Einlegeböden aus Porzellan von WILH. THÖRNER (*Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 123).

Trockenschrank mit Rückflußkühler zum Heizen mit siedenden Flüssigkeiten nach RAIKOW (*Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 244).

Trockenschrank nach A. BEUTELL (*Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 462).

Luftbad nach M. A. ADAMS mit zirkulierendem Luftstrom im Innern und besonderem Abzug der Verbrennungsgase (*Chem. Centr.-Blatt* 1890, I, S. 148).

Luftbad nach H. GRIMSHAW, eine vereinfachte Abänderung des vorigen (*Chem. Centr.-Blatt* 1890, II, S. 193).

Apparat zum Austrocknen von Substanzen aller Art im luftverdünnten Raum von D. SIDERSKY (*Chem. Centr.-Blatt* 1890, II, S. 227).

** *Chemiker-Zeitung*, Bd. 12, S. 1110. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 1227.

kommen, wenn sie nicht mit Einrichtungen zur selbstthätigen Feststellung der Temperatur auf einen bestimmten Grad versehen sind. Zwar lässt sich dies annähernd auch durch Regulierung der Flamme mit der Hand erreichen, verlangt aber viel Aufmerksamkeit und führt doch nur unvollkommen zum Ziele; andererseits kann bei selbst kurzer Ablenkung der Aufmerksamkeit ein Versuch nur allzu leicht missglücken. Die selbstthätig wirkenden Thermoregulatoren beruhen ihrer größten Mehrzahl nach darauf, dass der im Innern des Heizraumes aufzustellende Apparat ein gewisses Quantum Luft, Dampf oder Flüssigkeit eingeschlossen enthält, welches bei jeder Temperaturschwankung sein Volumen ändert und dass infolge der hierdurch bewirkten Ausdehnung bzw. Zusammenziehung der Zufluss des Gases zur Heizlampe vermindert bzw. vermehrt, die Flamme also bei steigender Temperatur verkleinert, bei sinkender vergrößert wird.

Die gebräuchlichen Instrumente dieser Art unterscheiden sich sowohl nach Form, Größe und Inhalt, als auch durch die mehr oder weniger große Genauigkeit, die bei dem Gebrauche beabsichtigt wird. Letzteres wird bei der zu treffenden Auswahl maßgebend sein. Für die Zwecke der Experimentalchemie ist der Thermoregulator von BUNSEN-KEMP am meisten zu empfehlen, welcher bequem zu handhaben und wenig zerbrechlich ist und eine Konstanz der Temperatur bis auf weniger als 1° erreichen lässt. Er wird wie ein Thermometer in den Heizraum eingehängt und einerseits (durch das obere Rohr) mit der Gasleitung, andererseits (durch das seitliche Rohr) mit der Lampe verbunden. Die eingeschlossene thermometrische Substanz ist Luft, welche bei steigender Temperatur eine Quecksilbersäule in die Höhe drückt und dadurch das miteingeschlossene untere Ende des Gaszuleitungsrohrs mehr oder weniger verschließt.

Soll dieser Regulator mit einem MEYER'schen Luftbade verbunden werden, so wird er in den einen Tubus *t* des Deckels *D* (Fig. 386 auf S. 258) gesenkt und in den anderen ein empfindliches Thermometer gesetzt. Man heizt, bis die beabsichtigte Temperatur erreicht ist, und schraubt dann die Gaszuleitungsrohre so weit hinein, dass sich die Flämmchen des Heizrings etwas verkleinern. Der Regulator ist dann für diese Temperatur eingestellt und arbeitet regelmässig, solange der Gaszufluss ungehemmt stattfindet. Bei längerem Gebrauche, namentlich über Nacht, ist es vorteilhaft, in die Gasleitung noch einen der bekannten Gasdruck-



Fig. 389.
Thermoregulator.

regulatoren einzuschalten, welche den Gaszufluss bei steigendem Druck in der Leitung entsprechend hemmen und bei sinkendem Druck wieder frei geben.

Der Präzisions-Thermoregulator von BORKES* (Fig. 390) ist ganz aus Metall gefertigt und enthält kein Quecksilber, so dass er in fertigem Zustande verschickt werden kann. Seine Einrichtung ist aus der Figur zu ersehen. Die Wirkung desselben beruht auf der Thatsache, dass der Druck gesättigter Dämpfe mit deren Temperatur stets in bestimmtem, unveränderlichem Zusammenhang steht.

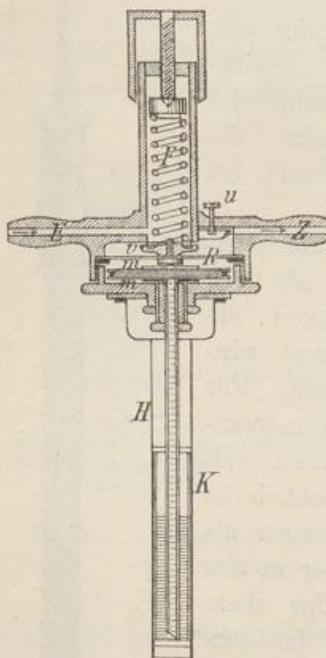


Fig. 390. Präzisions-Thermoregulator von BORKES.

Eine in der röhrenförmigen Kapsel *K* eingeschlossene Flüssigkeit von bestimmtem passenden Siedepunkt überträgt ihren Dampfdruck durch Aufblähen einer Membran auf das die Gaszufuhr abschließende Ventil *v*. Letzteres steht außerdem unter der Einwirkung einer Spiralfeder *F*, welche bezweckt, den von außen auf der Membran lastenden Druck zu verändern und dadurch ermöglicht, die Wirkung des Ventils innerhalb der Grenzen von circa 30° beliebig zu verlegen. — Das Gas tritt bei *E* in den Apparat, erfüllt bei offenem Ventil *v* den Raum *R* und entweicht bei *Z* nach dem Brenner.

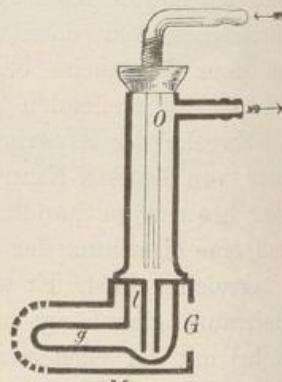


Fig. 391. Regulator von GAWALOWSKI.

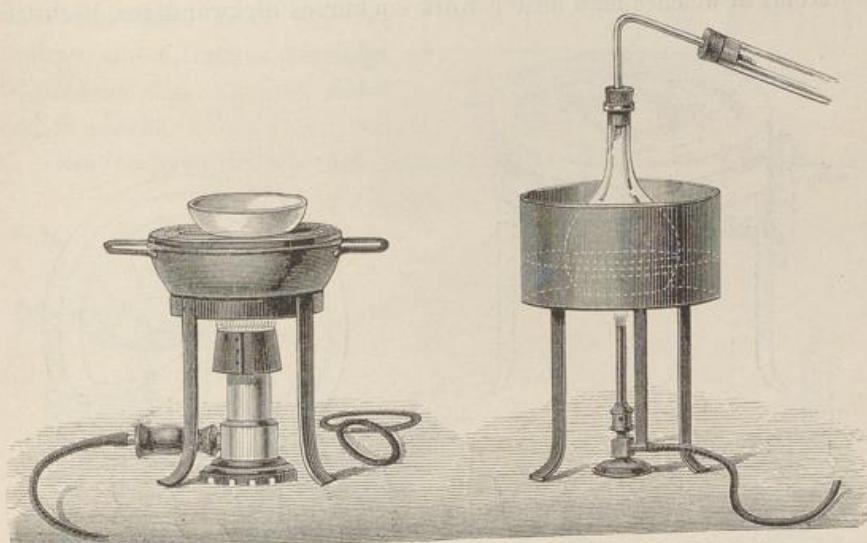
Steigt die Temperatur, so blähen sich die Membranen *mm* auf und schließen nach und nach den Gaszutritt nach *R* ab. Tritt eine Abkühlung ein, so wird das Ventil durch den vermindernden Druck entlastet, das Gas strömt wieder kräftiger zu, die Flamme wächst, und durch das prompt sich wiederholende Spiel gelingt es, die Temperatur konstant auf der gewünschten Stufe zu erhalten. Die Umgangsleitung *u* verhindert unter allen Umständen das völlige Erlöschen.

Bei Trockenschränken und Luftbädern ist es mitunter vorteilhaft, den Regulator seitlich anzubringen. Hierzu eignet sich die von

* Zeitschrift für analytische Chemie, Bd. 32, S. 211. — Chem. Centr.-Blatt 1893, I, S. 764.

GAWALOWSKI* angegebene Form (Fig. 391). Das Quecksilbergefäß *G* trägt bei *g* einen seitlichen Stutzen, welcher durch einen Metallkanal in den eigentlichen Trockenraum ragt und hier erwärmt wird, worauf die Regulierung des Gaszutritts durch die Ausdehnung des Quecksilbers in bekannter Weise vor sich geht. *M* ist ein Schutzmantel.

5. Wasserbäder. a) Offene Wasserbäder benutzt man zum Abdampfen und Erhitzen von Substanzen bei Temperaturen bis 100°, hauptsächlich zur Konzentration von Lösungen oder zum Eindampfen derselben bis zur Trockne, zum gleichmässigen Warmhalten (Digerieren) von Flüssigkeiten in Kolben mit oder ohne Anwendung des Rückfluskkühlers etc. In ihrer



a Fig. 392. Wasserbäder. b

gewöhnlichen einfachsten Form sind sie halbkugelförmige Schalen aus Kupfer, mit zwei Henkeln, und haben oben Einsatzringe aus Kupferblech oder aus Porzellan zum Gebrauch für Kolben oder Schalen von der verschiedensten Gröfse (Fig. 392, *a*). Zum Erhitzen gröfserer Kolben kann man statt dieses Wasserbades auch ein gröfseres Gefäß aus emailiertem Eisenblech anwenden und das zu erhitzendes Gefäß auf einen Strohkranz direkt ins Wasser stellen (Fig. 392, *b*).

Statt der losen Einsatzringe ist bei dem Wasserbade von FRANZ HUGERSHOFF die obere Öffnung fest mit einer aus Aluminiumblech oder einem an-

* Öster.-Ung. Zeitschrift für Zucker-Industrie und Landwirtschaft, Bd. 24, S. 87. — Chem. Centr.-Blatt 1895, I, S. 985.

deren Metall bestehenden Irisblende* (Fig. 393—394) verbunden, welche man durch Bewegung eines seitlichen Stiftes auf- und zudrehen und dadurch die Öffnung für kleine und grosse Schalen passend machen kann.

Da der Zweck dieser Apparate verfehlt sein würde, wenn sie während des Gebrauchs durch Verdampfung wasserleer werden, so hat man das Eintrocknen mit Aufmerksamkeit durch Nachgießen zu verhüten, oder man bedient sich eines Wasserbades mit konstantem Niveau, bei dem sich der Wasserzufluss automatisch in der Art regelt, daß das Wasser nie über ein bestimmtes Niveau steigen oder darunter sinken kann. Am einfachsten wird dieser Zweck unter Anwendung der MARIOTTE'schen Flasche nach KLEINSTÜCK** erreicht. Das Wasserbad hat ein seitliches Ansatzrohr, in welches man mittels Kork ein kurzes dickwandiges, höchstens

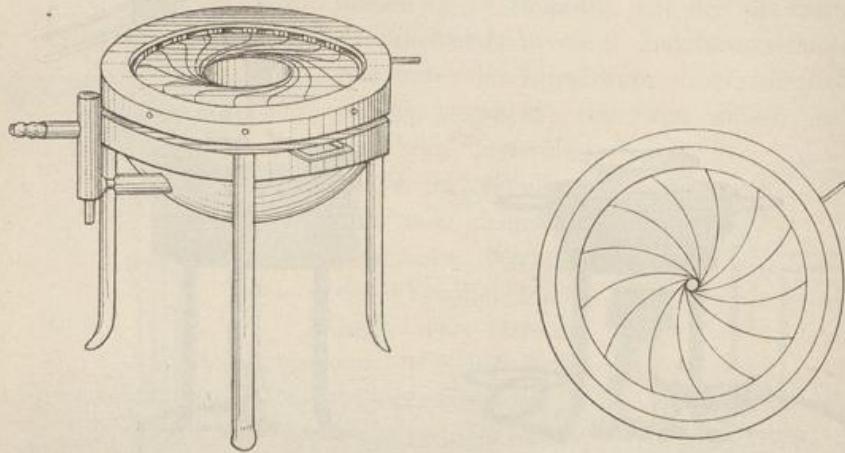


Fig. 393—394. Wasserbad mit Irisblende.

2 mm (im Lichten) weites Glasrohr einsetzt und dieses mit der auf einer geeigneten Unterlage stehenden MARIOTTE'schen Flasche verbindet (Fig. 395). Der Wasserspiegel im Bade stellt sich dauernd durch Nachfließen mit der unteren Öffnung der Röhre *o u* in gleiche Höhe. Das Ausflusrohr der MARIOTTE'schen Flasche ist, um es ohne Hahn leicht abschließen zu können, an seinem nach innen ragenden Ende *i* (Fig. 395) zugeschmolzen und nahe an diesem Ende mit einer seitlichen Öffnung versehen, welche man durch Herausziehen der Röhre in den Kork *s* hineinziehen und dadurch das ganze Rohr *A* abschließen kann. Diese Verschlusseinrichtung ist einer allgemeinen Anwendung fähig.

Statt der MARIOTTE'schen Flasche verbindet MÜRRL*** mit dem

* *Journal für prakt. Chemie*, Bd. 50, S. 561. — *Chem. Centr.-Blatt* 1895, I, S. 250.

** *Chemiker-Zeitung*, Bd. 13, S. 727. — *Chem. Centr.-Blatt* 1889, II, S. 116.

*** *Pharmaceut-Zeitung*, Bd. 36, S. 178. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891, I, S. 770.

Wasserbade eine Füllflasche von bekannter Konstruktion in der Weise, wie Figur 396 zeigt. Solange diese noch Wasser enthält, bleibt der Wasserspiegel in dem kupfernen Wasserbade stets auf gleicher Höhe. Wendet man eine Literflasche an, so reicht ihr Inhalt für 5—6 Stunden aus. Das Nachfüllen ist sehr leicht und bequem. Je nach Bedürfnis kann man auch eine grösere Flasche aufsetzen. Der Umstand, dass alles durch ein Gestell zu einem Ganzen vereinigt ist, macht den Apparat stabil und handlich.

Ein anderes Mittel zum Konstanthalten des Niveaus besteht darin,

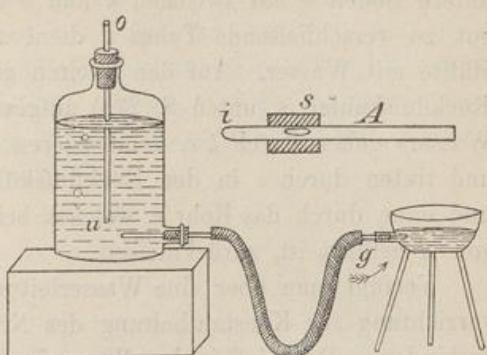


Fig. 395. Wasserbad mit Füllflasche nach KLEINSTÜCK.

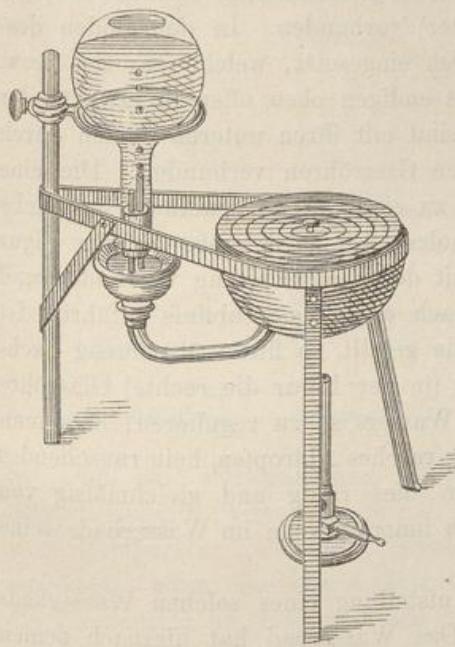


Fig. 396. Wasserbad nach MÜRRLÉ.

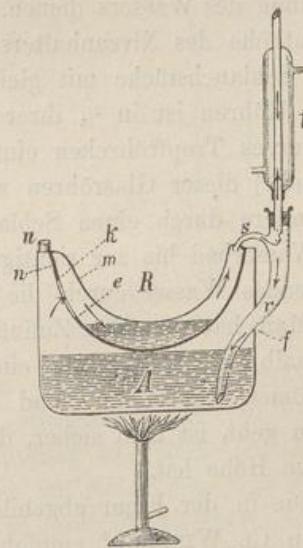


Fig. 397. Wasserbad mit Rückflusskühler nach RAIKOW.

dass man das verdampfende Wasser kondensiert und in das Bad zurückfließen lässt. Ein nach diesem Prinzip konstruierter Apparat von RAIKOW*

* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 13, S. 94. — *Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 243.

ist in Figur 397 abgebildet. Das Gefäß ist aus Kupferblech und oben durch einen halbkugeligen Doppelboden *m* *n* luftdicht verschlossen. Der untere Boden *n* hat zwischen *k* und *e* einen 2 mm breiten Schlitz. Der gut zu verschließende Tubus *u* dient zum Füllen des Gefäßes bis zur Hälfte mit Wasser. Auf den zweiten gegenüberliegenden Tubus wird ein Rückflusskühler (s. unten S. 273) aufgesetzt. Die Dämpfe des siedenden Wassers gehen durch *k* *e*, kondensieren sich zum Teil zwischen *m* und *n* und treten durch *s* in den Rückflusskühler, wo sie kondensiert werden und dann durch das Rohr *r*, welches bei *f* luftdicht durch die Seitenwand von *A* geführt ist, zurückfließen.

Verfügt man über eine Wasserleitung, so läßt sich die Regulierungs vorrichtung zur Konstanthaltung des Niveaus (der Niveauhalter) damit verbinden. Das Gefäß des Wasserbads ist aus emailiertem Gufseisen, cylindrisch, etwa 16 cm weit und 10—12 cm hoch, oben wie gewöhnlich mit Einsatzringen versehen (Fig. 398). Nahe an seinem Boden ist ein kurzes, seitliches Ansatzrohr angebracht und dieses mit einem 7 mm weiten und 28 mm hohen, oben offen, unten geschlossenen Cylinder aus geschwärztem Messingblech (Niveauhalter) verbunden. In den Boden des selben sind zwei engere Messingröhren eingesetzt, welche zur Zu- bzw. Ableitung des Wassers dienen. Diese endigen oben offen in etwa $\frac{1}{3}$ der Gesamthöhe des Niveauhalters und sind mit ihren unteren Enden durch kurze Schlauchstücke mit gleichweiten Glasröhren verbunden. Die eine dieser Röhren ist in $\frac{1}{3}$ ihrer Höhe zu einer Kugel erweitert, in welche ein kurzes Tropfröhrchen eingeschmolzen ist. Die erste (in der Figur die linke) dieser Glasröhren wird mit der Wasserleitung verbunden und die andere durch einen Schlauch nach dem Wasserabfluss geführt. Ist das Wasserbad bis zur richtigen Höhe gefüllt, so fließt überflüssig nachströmendes Wasser durch die zweite (in der Figur die rechte) Glasröhre ab. Man hat nun den Zufluss des Wassers so zu regulieren, daß man innerhalb der Glaskugel nur ein mäßig rasches Abtropfen, kein rauschendes Abströmen beobachtet, und solange dies ruhig und gleichmäßig von statthen geht, ist man sicher, daß das innere Niveau im Wasserbade seine richtige Höhe hat.

Die in der Figur abgebildete Aufstellung eines solchen Wasserbads ist von CL. WINKLER* empfohlen. Das Wasserbad hat hiernach seinen festen Platz an der hinteren Wand des Abzugs. Die gläsernen Zu- und Abflussröhren sind unter der Tischplatte ein für allemal fest mit den Zu- und Abflussröhren der Wasserleitung verbunden und die Regulierung kann

* Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft, Bd. 21, S. 3563. — Chem. Centr.-Blatt 1887, I, S. 308.

durch den an der vorderen Außenwand des Abzugs angebrachten Wasserhahn bewirkt werden. Die Dämpfe des Wassers und der zu verdampfenden Flüssigkeit entweichen durch einen Schlitz der Rückwand direkt in den Abzugskanal, und etwas darüber ist eine Platte aus Porzellan oder Stein-
gut angebracht, welche das Hineinfallen von Staub oder Schmutz verhütet.

b) Geschlossene Wasserbäder können wie die Luftbäder dazu dienen, Substanzen bei konstanten Temperaturen über 100° zu erhitzen.

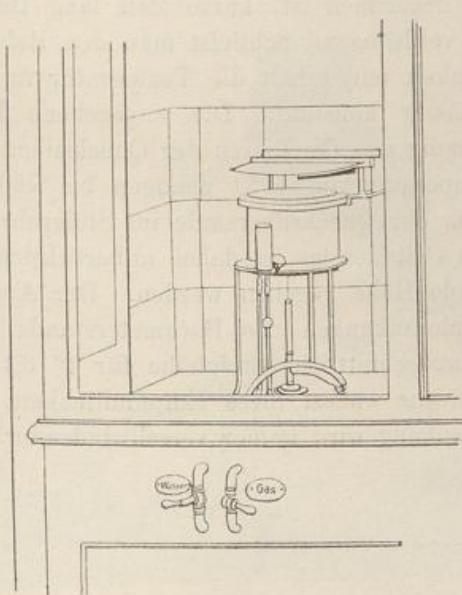


Fig. 398.
Wasserbad mit Niveauhalter.

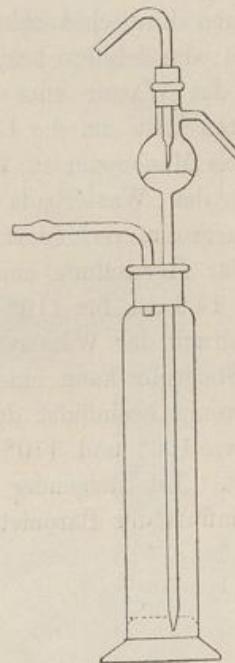


Fig. 399. Druckregulator für geschlossene Wasserbäder nach ULSCH.

Sie sind aus starkwandigem Kupferblech angefertigt und mit einem Sicherheitsventil versehen, durch dessen Belastung man zugleich die Höchsttemperatur bestimmt. Durch Verbindung mit einem Quecksilbermanometer kann man den Zufluss des Gases zur Heizflamme und dadurch die Temperatur in gleicher Weise regeln wie durch die Thermoregulatoren bei den Luftbädern. Hierzu eignet sich der in Figur 399 abgebildete Apparat nach ULSCH.* In den inwendig rauh geschliffenen Hals eines 15 cm hohen Cylinderglases wird ein Kork fest eingepaft und doppelt durchbohrt. Durch die eine Bohrung geht das Steigrohr bis fast auf den

* Zeitschrift für das gesamte Brauwesen, Bd. 13, S. 373. — Chem. Centr.-Blatt 1890, II, S. 683.

Boden des Cylinders; dasselbe ist unten durch Ausziehen sehr stark verengt, oben hingegen erweitert es sich zu einer Kugel von 4 cm Durchmesser; das obere Ende enthält ferner die beim Thermoregulator gebräuchliche Vorrichtung der Gasregulierung. Durch die zweite Bohrung geht ein rechtwinklig gebogenes Glasrohr, welches dicht unter dem Kork endigt und zur Verbindung des Apparats mit dem Wasserbade dient. In den Cylinder giebt man $1\frac{1}{2}$ cm hoch Quecksilber; der übrige Raum wird vollständig mit Wasser gefüllt. Der Apparat wird durch einen starkwandigen Kautschukschlauch mit dem Dampfraum des Wasserbads verbunden; das letztere besitzt zweckmäßig einen Hahn, durch welchen man, wenn das Wasser zum Sieden gekommen ist, kurze Zeit lang Dämpfe austreten lässt, um die Luft zu verdrängen. Schließt man den Hahn, so tritt das Manometer in Wirksamkeit und erhält die Temperatur in allen Teilen des Wasserbads zuverlässig konstant. Die angegebene Form des Steigrohrs verhindert vollständig das Oszillieren der Quecksilbersäule.

Für Herstellung einer Temperatur von 105° genügen bei 760 mm Druck 14,6 cm, für 110° 31,5 cm der Quecksilbersäule im Steigrohr (der Gegendruck der Wassersäule im Cylinderglas ist dabei unberücksichtigt). Dem Steigrohr kann eine variable Höhe gegeben werden. Der Apparat wird wenig beeinflusst durch Schwankungen des Barometerstands, weil zwischen 100° und 110° die durchschnittliche Steighöhe für 1° 3,15 cm beträgt. Mit steigender Temperatur wächst diese Empfindlichkeit, und der Einfluss der Barometerschwankung wird immer verschwindender.

DESTILLIEREN UND SUBLIMIEREN.

Der Destillationsapparat besteht aus drei Teilen: dem Destillationsgefäß, dem Kühlrohr und der Vorlage.

1. Das Destillationsgefäß ist in den meisten Fällen eine Retorte, seltener ein Kolben. Es muß geräumig sein, damit die Flüssigkeit beim Sieden nicht überschäumt und in das Kühlrohr tritt. Soll während der Destillation die Siedetemperatur beobachtet werden, so muß die Retorte einen Tubulus haben, durch welchen man vermittelst eines durchbohrten Korks ein Thermometer luftdicht einsetzt. Die zu solchem Zwecke dienenden Thermometer haben kein kugelförmiges, sondern ein cylindrisches Quecksilbergefäß, welches nicht dicker (lieber etwas dünner) als die Röhre sein darf, damit es beim Durchschieben durch den Kork die Öffnung