

Apparate für chemische Laboratorien;

von

Dr. Joh. Walter.

Exsiccator mit Heizvorrichtung.

Die in Liebig's Annal. d. Chemie 1885 Bd. 228, S. 305 von R. Anschütz gemachte Mittheilung über einen geheizten Exsiccator, welche ich verspätet gelesen habe, veranlasst mich, eine von mir schon vor etwa fünf Jahren benutzte ähnliche Vorrichtung, welche dem gleichen Zwecke dient, hier zu skizziren. Es liegt durchaus nicht in meiner Absicht, irgendwelche Prioritätsansprüche zu erheben, ich beschreibe vielmehr die von mir verwendeten Apparate nur deshalb, weil dieselben in ihrer Ausführung von den Anschütz'schen theilweise verschieden und für manche Zwecke vielleicht vortheilhafter sind.


Zuerst verwendete ich zur Erwärmung von im Exsiccator befindlichen Substanzen ein miteingestelltes vorgewärmtes Sandbad; obgleich dasselbe für sehr viele Zwecke recht gute Dienste leistet, so ist dessen Wärmevorrath doch bald erschöpft, weil man es in vielen Fällen nicht sehr heiss machen darf. Ebenso ist dessen Wärme auch nicht zum Eindampfen grösserer Flüssigkeitsmengen im Vacuum ausreichend; letztere Operation geht ja sehr leicht von Statten, wenn man in Kolben arbeitet, doch die getrockneten Substanzen sind dann oft nur sehr schwer aus diesen zu entfernen, so dass der Wunsch herantritt, die Vacuumverdampfung in Schalen oder Bechergläsern vornehmen zu können. Für diesen Zweck hatte ich mir die in Fig. 1 u. 2 (Tafel IV) skizzirten Apparate construirt; ersterer benutzt die in Laboratorien immer vorhandene kleinere, letzterer die jetzt auch häufig anzutreffende grosse Exsiccatorform. In meinen Apparaten hatte ich diese benutzt, wie man sie gewöhnlich zur Hand hat, und nur noch einige Oeffnungen durch das Glas bohren lassen; Anbringung von Tubulaturen gleich von der Glashütte aus ist aber empfehlenswerther. Die Einrichtung von Fig. 1 empfiehlt

sich, wenn man eine längere Reihe von Versuchen in demselben Gefässe, Schale, Tiegel oder Becherglas auszuführen hat; man wickelt dann ein dünnes Blei- oder Zinnrohr (wie solche zu pneumatischen Läutwerken verwendet werden) dicht um das Gefäss, hängt die einzelnen Windungen eventuell noch mit etwas dünnem Draht zusammen und stellt das Ganze auf einen Untersatz in den Exsiccator. Die Röhre wird entsprechend länger genommen und die beiden Enden durch die beiden seitlichen Tubulaturen gesteckt, wo dann die abschliessenden Kautschukstopfen darüber gestreift werden. Da man besonders bei grösseren Exsiccatoren in die Lage kommt, heute dieses, morgen ein anders geformtes Gefäss einzustellen, und es unbequem ist, jedesmal auch die Heizschlange wechseln zu müssen, so habe ich es hierfür besser gefunden, ein Sandbad durch den die Heizschlange passirenden Dampf zu erwärmen und erst in dieses den Gegenstand zu stellen. Man macht die Einrichtung entweder mit Schlange, wie Fig. 1, und stellt in diese eine metallene Schale als Sandbad, oder man lässt, wie Fig. 2 zeigt, zwei Kupferschalen, welche einen Abstand von etwa 10 Mm. haben, mit ihren oberen Rändern zusammenlöthen. Die Dampfeinströmung erfolgt oben, die Ausströmung unten durch den mit einem Ausschnitt versehenen Untersatz. Die Röhren, welche durch die Kautschukstopfen gehen, macht man am besten separirt von der Heizvorrichtung und verbindet sie innerhalb des Apparates durch Kautschuk oder Löthung mit jener. Blei- oder Zinnrohr ist für diese Durchführungsstücke nicht gut, besser Kupfer oder noch besser Glas, doch springt letzteres leicht, wenn man mit Wasserdampf arbeitet. Nimmt man Metallrohrstücke, so löthet man zweckmässig aussen auf diese ein halbkugelförmig ausgeschlagenes Kupferblättchen, *c*, in Fig. A (Taf. IV), welches dann mit seinen scharfen Rändern gegen den Kautschukstopfen gezogen wird und eine weitere Dichtungsfläche bildet. Da Kautschukstopfen um die geheizten Röhren herum immer mehr oder weniger — je nach der Qualität des Kautschuks und der angewendeten Wärme — weich und undicht werden, so dürfte es sich, für den Fall eine Apparatenwerkstätte die Ausführung derartiger Exsicca-

toren an die Hand nehmen wollte, empfehlen, zur Dichtung Stopfbüchsenpackung, wie solche an Luftpumpenglocken angebracht werden, zu verwenden und Asbest als Verpackungsmaterial.

Beide Exsiccatorconstructionen habe ich auf Taf. IV so skizzirt, wie dieselben zur Vacuumeindampfung von grösseren Flüssigkeitsmengen dienen können; bei Fig. 1 lässt man die Lösung durch den Trichter in dem Masse eintropfen, wie dieselbe verdampft; bei Fig. 2 wird dieselbe ebenso, durch einen Glashahn regulirbar, direct aus einem Becherglase eingesogen. Die Verbindungen mit der Luftpumpe werden bei *m* bewirkt, und zweckmässiger Weise eine besondere Tubulatur hierfür am unteren Exsiccatortheile angebracht, nicht aber, wie es gewöhnlich der Fall ist. Ist man mit dem Eindampfen fertig, so lässt man noch einen getrockneten schwachen Luftstrom (so dass er das Vacuum nicht besonders beeinträchtigt) durch die Röhren, welche erst die Flüssigkeit zuführten und nun etwas weiter heruntergeschoben werden, eintreten, was das Trocknen sehr befördert. Schwefelsäure als Absorptionsmittel für die Wasserdämpfe hat man bei geheizten Exsiccatoren nicht immer nöthig, die Trocknung geht sonst sehr gut von statten; muss man dieselbe aber doch benutzen, so nimmt man hierfür ein ringförmiges Blei- oder Porzellangefäss und stellt den Untersatz des Heizapparates in die mittlere Oeffnung desselben. Dampft man viel Flüssigkeit ein, so giebt man natürlich nicht die Schwefelsäure gleich mit in den Apparat, sondern lässt dieselbe erst für die eigentliche Trocknung durch ein mit Hahn versehenes Rohr, welches in einer der Tubulaturen mit befestigt ist, einsaugen; auch das obere Rohr, durch welches man anfangs die Flüssigkeit eintreten lässt, kann man dazu benutzen, wenn man es entsprechend biegt und es dann für jeden der beiden Zwecke im Kautschukstöpsel so dreht, dass die untere Oeffnung einmal über das Verdampfungsgefäss, das anderemal über die Schwefelsäureschale kommt.

Die Wärme in dem Heizkörper wird durch die Dämpfe irgend einer Flüssigkeit von passendem Siedepunkt erzeugt; erwärmte Flüssigkeiten, wie Anschütz empfiehlt, sind nicht


praktisch, da dieselben nicht die gebundene Wärme der Dämpfe enthalten. Meist genügt Wasserdampf; muss man zu einem anderen Mittel, von niedrigerem oder höherem Siedepunkt, greifen, so richtet man den Apparat automatisch wirkend ein, nämlich dass die Dämpfe hinter der Heizvorrichtung durch einen kleinen bleiernen Schlangenkühler, welcher nur wenig Raum erfordert, vollständig condensirt werden und die Flüssigkeit dann durch ein  förmig gebogenes Trichterrohr wieder in das Verdampfungsgefäß zurückgelangt.

Tropftrichter.

Bei den gewöhnlichen Tropftrichtern ist es oft wünschenswerth, dieselben mit ihrer unteren Spitze in die Flüssigkeit eintauchen und die zulaufende Lösung bis auf den Boden des Gefäßes gelangen zu lassen; man kann dann aber die Schnelligkeit des Einlaufens nicht genau reguliren, weil man die Tropfenbildung nicht mehr sieht, ohne noch eine Trichterröhre einschalten zu müssen. Ich richte mir nun gleich die kleinen Glashahntrichter für diesen sehr oft vorkommenden Zweck in der Weise ein, wie Fig. 3 (Taf. IV) zeigt: unterhalb des Glashahnes ist um die Abtropfröhre *b* eine kleine Kugel *a* geblasen, und diese gestattet, dass man das Abtropfen immer beobachten und nach diesem die Operation reguliren kann, auch wenn der untere Theil in eine Flüssigkeit oder einen undurchsichtigen Apparat hineinragt.

In Fig. 4 (Taf. IV) ist die Verwendung dieses Trichters gezeichnet, wie er sich bei Gasentwickelungen, zum Einlaufen der Säure u. s. w. empfiehlt. Die von dem Trichter abwärts gehende Röhre ist noch bei *m* zu einer kleinen Kugel aufgeblasen, welche etwas kleiner ist als die lichte Weite der übergeschmolzenen Röhre. Die Säure u. s. w. fließt durch den Tropftrichter bis auf den Boden der Röhre, steigt dann wieder und fließt entweder direct in die Flüssigkeit, welche zur Reaction kommt, oder nach aussen an *c*

herunter und tropft unter dieser Röhre ab. Das entwickelte Gas gelangt durch die Löcher *d* in den oberen Theil der äusseren Röhre und entweicht durch das zur Verbindung dienende Rohrstück *v*.

Das Ganze wird durch die punktirt gezeichneten Stopfen *b* in dem Kolbenhals befestigt. Gegenüber der gewöhnlichen  förmigen Einlauföhre besitzt diese den Vortheil eines ganz gleichmässigen Eintropfens, wodurch leicht ein constanter Gasstrom ohne besondere Beaufsichtigung der Apparate erzielt wird; auch läuft aus dieser Gasentwicklungsröhre nicht die den Verschluss bildende Flüssigkeitssäule ganz ab, wie bei den Tropftrichtern. Das untere Ende von *c* kann, ohne ein Verstopfen befürchten zu müssen, bis auf den Boden der Gasentbindungsfässer reichen, wenn sich nur die Löcher *n* über der sich gewöhnlich am Boden sammelnden Schlamm- schicht befinden.

Basel, im Juli 1885.

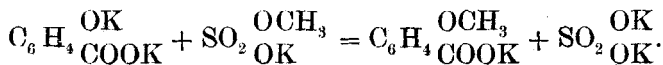
Kleine Mittheilungen;

von

E. von Meyer.

Einfache Darstellung von Anissäure.

Die künstliche Gewinnung von Anissäure durch Einwirkung von Jodmethyl auf Paraoxybenzoesäure in alkalischer Lösung etc. ist umständlich, auch kostspielig. Der Gedanke liegt nahe, die Darstellung derselben durch Wechselwirkung von basisch-paraoxybenzoesaurem Kali und methyläther-schwefelsaurem Kali zu versuchen, gemäss der Gleichung:



Herr P. Richter (aus Freiberg) hat in dieser Richtung Versuche angestellt.