© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Ueber einen neuen Apparat

zum

Trocknen im Vacuum bei höherer Temperatur

von

J. Habermann.

Das Trocknen von Substanzen für die quantitative Analyse ist häufig genug nicht allein eine zeitraubende, sondern auch sehr unangenehme Operation, weil sie nicht selten die Aufmerksamkeit des Experimentators durch Stunden in bedeutendem Masse beansprucht. Der Grund dieser Erscheinung liegt darin, dass wir bis jetzt mit Ausnahme der sogenannten Wasserbäder durchaus keine Vorrichtungen besitzen, welche in verlässlicher Weise für einen bestimmten Temperatursgrad eingestellt werden können, und weil andererseits sehr viele Substanzen, insbesondere organische, bei Temperatursgraden getrocknet werden müssen, welche nur innerhalb sehr enger Grenzen schwanken dürfen. Steigt die Temperatur in solchen Fällen über die obere Grenze, so verdirbt die dem Experimentator oft sehr werthvolle Substanz, sinkt sie unter einen gewissen Grad, dann gibt sie ihr Wasser nur schwierig oder gar nur unvollständig ab. Haften der Substanz gar noch andere Flüssigkeitsreste, wie z. B. Essigsäure, die zum Umkrystallisiren benützt wurde, an, dann werden alle diese Schwierigkeiten noch um ein Wesentliches vermehrt. Ich war mehrfach in der Lage mit solchen Substanzen zu arbeiten und habe mich bemüht einen Apparat zu construiren, bei welchem das Trocknen ohne besondere Aufmerksamkeit ausgeführt werden kann, welcher es ermöglicht, die Substanz bei möglichst niederer Temperatur, in möglichst kurzer Zeit zu trocknen und welcher die Gefahr ausschliesst, dass durch bemerkenswerthe Temperaturschwankungen eine Zersetzung des zu trocknenden Körpers, oder ein unvollständiges Trocknen eintritt.

Dieser Zweck wurde erreicht durch Anwendung zweier Prinzipien, von welchen jedes für sich, oder auch beide zusammen, mehrfach, aber immer nur in beschränkterem Masse, Anwendung gefunden haben und mein Apparat unterscheidet sich von den diesbezüglichen Vorrichtungen

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

vielleicht nur dadurch, dass er mit den einfachsten Hilfsmitteln, wie sie in jedem Laboratorium zu finden sind, hergestellt werden kann, und dass er, weil seine wesentlichen Theile aus Glas bestehen, den Verlauf des Trocknenprozesses zu beobachten fortwährend gestattet.

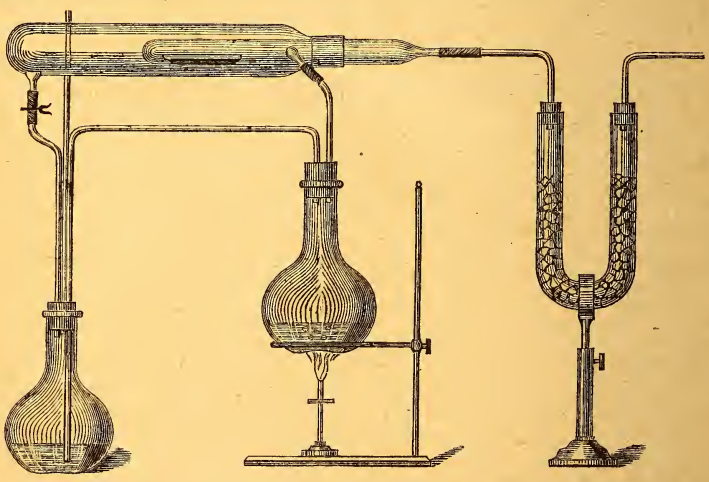
Allerdings erlaubt der Apparat in seiner jetzigen Form nur das Trocknen in Röhren und Schiffchen, doch glaube ich es aussprechen zu dürfen, dass es mir auch bereits gelungen ist eine solche Vorrichtung ausfindig zu machen, welche es ermöglicht Substanzen, unter den früher angegebenen Bedingungen, in grösseren Schalen etc. zu trocknen.

Die früher erwähnten Prinzipien, welche ich bei dem neuen Apparate zu verwerthen suchte, sind:

1. das Trocknen im Vacuum auszuführen und

2. als Wärmequelle die Dämpfe von Flüssigkeiten mit constantem Siedepunkte zu benützen.

Der nach diesen Gesichtspunkten construirte Apparat ist durch die beigegebene Illustration leicht verständlich gemacht, wobei bemerkt werden



muss, dass er sich in dieser Form nur für die Benützung von Wasserdampf als Wärmequelle eignet.

Derselbe besteht aus 3 wesentlichen Theilen, nämlich:

1. dem eigentlichen Trockenapparat, durch die beiden weiten, in einander geschobenen, den obersten Theil der Zeichnung bildenden, horizontal liegenden Röhren repräsentirt.

2. dem Siedegefäss, einem gewöhnlichen Kochkolben, welcher im Bilde rechts, etwas höher stehend, erscheint, und

3. dem Condensationsgefäss, durch den links tiefer stehenden Kolben dargestellt.

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Bevor ich nun zur Beschreibung dieser einzelnen Theile übergehe, sei bemerkt, dass der Apparat, wie erwähnt, in allen wesentlichen Theilen aus Glas besteht und dass nur noch Kautschuk, welcher in der Zeichnung stets dunkler schraffirt ist, in beschränkter Menge zur Herstellung der Verbindungen etc. zur Anwendung kommt.

Der eigentliche Trockenapparat ist wie ersichtlich aus 2 verschieden weiten, in einander geschobenen Glasröhren gebildet, von welchen wir die innere engere, der Bequemlichkeit halber, als Trockenröhre, die äussere weitere aber als Dampfröhre bezeichnen wollen, Bezeichnungen, welche auch schon die Bestimmung beider Theile andeuten.

Die Trockenröhre hat einen lichten Durchmesser von etwa 2 c/m. Doch ist es selbstverständlich, dass diese Dimensionen innerhalb ziemlich weiter Grenzen nach Bedarf abgeändert werden können. Sie ist an einem Ende (in der Zeichnung links) zugeschmolzen, am anderen Ende offen und setzt sich, was aus dem Bilde nicht ersehen werden kann, aus zwei ungleich langen Stücken zusammen, welche mit ihren Schnittenden gut aufeinander geschliffen sind und durch einen darüber geschobenen kurzen Kautschukschlauch zusammengehalten werden. Dasselbe Kautschukstück kann unter Einem dazu dienen die Trockenröhre in der Dampfröhre, in der aus der Zeichnung ersichtlichen Art, festzuhalten. Von den beiden Theilen der ersteren ist der längere, einseitig zugeschmolzene Theil fast vollständig von der letzteren umschlossen, während das andere kürzere Stück der Trockenröhre frei liegt und sich an dem nicht abgeschliffenen Ende bis auf etwa 5 m/m Durchm. verjüngt. Mit diesem Ende ist sie zunächst mit einem U-förmigen Chlorcalciumrohr verbunden und kann durch dieses mit einer Wasserluftpumpe in Verbindung gesetzt werden, eine Anordnung, welche es ermöglicht, den Trockenraum zu evacuiren und nach Bedarf mit vollständig trockener Luft zu füllen.

Die Dampfröhre hat in unserem Falle eine Länge von 25 c/m und einen lichten Durchmesser von 4 — 5 c/m. Auch sie ist an einem Ende zugeschmolzen und verjüngt sich an dem andern zu einem kurzen Ansatz so weit, dass die Trockenröhre gerade noch bequem in ihr Inneres geschoben und durch den früher erwähnten kurzen Kautschukschlauch festgehalten werden kann. In der Nähe ihrer beiden Enden hat die Dampfröhre je eine seitliche Tubulatur von etwa 5 — 6 m/m lichten Durchmesser und 5 — 6 c/m Länge. Beide Tubulaturen stehen senkrecht gegen die Axe des Trockenapparates und bilden unter einander einen Winkel von 90°, so zwar, dass bei der regelrechten Aufstellung der ganzen Vorrichtung die eine horizontal zu liegen kommt, die andere senkrecht nach abwärts gerichtet ist. Das Siedegefäss (Kochkolben) hat einen

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Inhalt von etwa 1/2 Liter und ist mittelst eines 2 mal durchbohrten Kautschukpfropfens verschlossen. Durch die Bohrungen des Pfropfens gehen bis knapp unter denselben 2 Verbindungsröhren, die an ihren unteren, in den Kochkolben hineinragenden Enden schief abgeschnitten sind und annähernd den lichten Durchmesser der Tubulaturen haben. Die eine, dieser beiderseits offenen Röhren ist einmal im rechten Winkel gebogen und durch einen ziemlich dickwandigen kurzen Kautschukschlauch mit der horizontalen Tubulatur der Dampfröhre verbunden; die andere Röhre hat eine zweimalige, rechtwinkelige Biegung und geht nach der zweiten Biegung dicht durch eine der 3 Bohrungen des Pfropfens, welcher den Condensationskolben verschliesst bis fast an den Boden des Condensators. Mittelst einer in die zweite Bohrung dieses Pfropfens eingefügten Verbindungsröhre und durch ein Stück Kautschukschlauch steht das Innere des Condensators mit der senkrechten Tubulatur der Dampfröhre in Verbindung. Hier befindet sich auch ein Quetschhahn, welcher es ermöglicht durch Zusammendrücken der Kautschukröhre die unmittelbare Communication des Condensators mit der Dampfröhre in jedem Augenblick aufzuheben. In der dritten Bohrung endlich steckt ein entsprechend weites, beiderseits offenes Glasrohr von etwa 70 — 80 c/m Länge. Es reicht mit dem schief abgeschnittenen unteren Ende gerade nur bis in den Hals des Kolbens und wir wollen es, seinem Zweck entsprechend, als Kühlrohr bezeichnen. Dass es durch einen Liebig'schen oder einen anderen Kühler ersetzt werden kann, erscheint selbstverständlich, nach der Aufgabe die es zu erfüllen hat: den im Condensatorkolben nicht verdichteten Dampf zu condensiren. Indessen ist das Anbringen von anderen Kühlvorrichtungen fast in allen Fällen nach meinen Erfahrungen überflüssig.

Alle diese Theile des Apparates lassen sich leicht an einem gewöhnlichen Stativ durch einen Ring, welcher den Kochkolben trägt und eine Klemme, die den eigentlichen Trockenapparat festhält, befestigen.

Was die Benützung der ganzen Vorrichtung anbelangt, so wird dieselbe jedem Chemiker nach dem bisher Mitgetheilten selbstverständlich erscheinen. Indem man den freiliegenden, mit dem U-Rohr verbundenen Theil der Trockenröhre, von dem anderen Stück derselben loslöst, ist es leicht die in einem Schiffchen oder Röhrchen befindliche Substanz in den Trockenraum zu bringen, d. i. also jener Theil der Trockenröhre, welcher vom Dampfrohr vollständig umhüllt wird. In einem 2. Schiffchen bringt man zweckmässig etwas Phosphorsäureanhydrid oder eine andere wasseranziehende Substanz in den freiliegenden Theil der Trockenröhre, verbindet beide Theile und evacuirt mit der Luftpumpe. Nachdem

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

man die Pfropfe des Siedegefässes und Condensators gelüftet, füllt man das Erstere zu etwa $^2/_3$ und den Letzteren soweit mit Wasser oder der betreffenden Flüssigkeit, dass sein Boden etwa 3 $^c/_m$ hoch davon bedeckt wird, setzt auf beide Gefässe die Pfropfe wieder auf und bringt das Wasser im Siedegefäss zum lebhaften Kochen. Dadurch, dass das eine Ende der zweimal rechtwinklig gebogenen Röhre, welche das Kochgefäss mit dem Condensator unmittelbar verbindet, in dem letzteren 2 — 3 $^c/_m$ unter Flüssigkeit taucht, ist der im Siedegefäss sich entwickelnde Dampf gezwungen seinen Weg durch die Dampfröhre zu nehmen und so die Trockenröhre zu heizen. Aus der Dampfröhre gelangt das in dieser condensirte Wasser mit dem nicht verdichteten Dampf in den Condensator und wird hier oder in der Kühlröhre vollständig verdichtet. Es ist begreiflich, dass das bei Anwendung einer einfachen Kühlröhre nur dann der Fall sein wird, wenn die Dampfentwicklung keine allzu heftige ist, ein Umstand, der die Handhabung des Apparates indessen keineswegs schwierig gestaltet. Die Dampfentwicklung lässt sich durch die unter dem Siedegefässe befindliche Flamme überaus leicht reguliren. Dass man weiter den Apparat durch viele Stunden ohne Unterbrechung in Thätigkeit erhalten kann, hängt keineswegs, wie es den Anschein haben könnte, im besonderen Masse von dem Rauminhalte des Koch- und Condensationsgefässes ab; es ist dies vielmehr von der Leichtigkeit abhängig, mit welcher die Condensationsflüssigkeit in jedem Augenblick in das Siedegefäss geschafft werden kann. Diesbezüglich genügt es die Flamme von dem Siedegefäss auf einen Moment zu entfernen und mit dem früher erwähnten Quetschhahn die Communication der Dampfröhre mit dem Condensator zu unterbrechen. Die Wirkung beider Operationen tritt sofort ein. Der im Siedegefäss befindliche Dampf verdichtet sich und durch das hiebei entstehende Vacuum wird die Condensationsflüssigkeit aus dem Condensator durch das 2 mal rechtwinklig gebogene Verbindungsrohr in das Siedegefäss geschafft, und es ist klar, dass sich diese Operation durch die entsprechende Benützung des Quetschhahns regeln lässt. Ist das Siedegefäss neuerlich gefüllt, so bringt man die Flamme wieder unter dasselbe, lüftet den Quetschhahn und der Apparat functionirt wieder in normaler Weise.

Weiteres über die Handhabung der ganzen Einrichtung zu sagen scheint so überflüssig, als die Vortheile derselben besonders hervorzuheben. Es genügt in letzterer Beziehung vielleicht anzuführen, dass man durch die Benützung des Vacuums selten in die Lage kommen dürfte eine höhere Temperatur als 100° C. anzuwenden, so dass Wasserdampf als Wärmequelle in den meisten Fällen genügen dürfte und dass selbst die

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

Anwendung anderer Flüssigkeiten als Wasser keine sonderlichen Schwierigkeiten, auch bezüglich des Kostenpunktes, bereiten wird, da eine geringe Flüssigkeitsmenge für lange Zeit ausreichend erscheint.

Flüssigkeiten von entsprechendem Siedepunkt und entsprechenden sonstigen Eigenschaften sind, wie Isobutylalkohol, Isoamylalkohol, Essigsäure, verschiedene Aetherarten, Toluol, Anilin etc. in beliebigen Mengen und Qualität um mässigen Preis leicht zu beschaffen.

Endlich lässt sich der Apparat durch Anbringung gewisser Abänderungen mit noch gewöhnlicheren Hilfsmitteln herstellen. Abänderungen sind selbstverständlich auch schon erforderlich, wenn man statt Wasser gewisse andere Substanzen zur Dampfentwicklung anwendet. Kautschukverbindungen sind dann meist völlig ausgeschlossen, man muss zu Kork greifen und wird die Zahl der nothwendigen Verbindungen so weit als möglich beschränken. Die Verbindungen werden in diesem Falle zweckmässig etwa in der Weise bewirkt, wie man einen Vorstoss an eine Retorte, einen Kühler etc. anfügt. In den Fällen, wo die Heizflüssigkeit sehr leicht entzündlich ist, wird sich vielleicht ein Siedegefäss aus Metall empfehlen. Nothwendig erscheint diese Abänderung indessen bei einiger Vorsicht kaum.

Um zu beweisen, dass sich der Apparat mit den allerbescheidensten Mitteln herstellen lässt, will ich beispielsweise anführen, dass man als Dampfrohr mit vielem Vortheil einen Lampencylinder benützen kann, wie solche bei Argand-Gasbrennern, Petroleumrundbrennern zur Verwendung kommen. Ein solcher Cylinder wird durch Kautschuk oder Korkpfropfe, in welche die Trockenröhre, das Dampfzuleitungs- und Ableitungsrohr in entsprechender Weise eingefügt sind, beiderseitig geschlossen. Dass das ohne Schwierigkeiten bewirkt werden kann, liegt auf der Hand.

Das Verbindungsrohr, durch welches die Flüssigkeit aus dem Condensator zurück in das Siedegefäss geschafft werden soll, kann entfallen und man erreicht damit, dass auch der Quetschhahn, resp. Metallhahn (wenn Kautschukverbindungen ausgeschlossen sind) entbehrlich ist. Hiedurch wird allein die Abänderung nothwendig, dass die Röhre, durch welche der Dampf aus dem Dampfrohr in den Condensator gelangen kann, bis nahe an den Boden des letzteren reicht. Entfernt man bei dieser Modification vom Siedegefäss die Flamme, so nimmt die Flüssigkeit des Condensators durch das Dampfrohr in den Kochkolben ihren Weg; das Ganze vollzieht sich hier mit etwas Lärm, doch ohne Gefahr.

Bei der Verwendung eines Lampencylinders als Dampfrohr bleibt ein Theil der Flüssigkeit in dem letzteren, was keine weiteren Nach-

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/; www.biologiezentrum.at

theile verursacht, wenn man die Verbindungen mit Siede- und Condensationsgefäss so herstellt, dass diese Flüssigkeitsmenge die Trockenröhre nicht umspielt.

Eine weitere Abänderung, die sich vielfach empfehlen wird, kann darin bestehen, dass man die Trockenröhre aus der Dampfröhre auf beiden Seiten herausragen lässt. Bei dem zuerst beschriebenen Apparat macht das eine kleine Abänderung der Dampfröhre erforderlich. Die Trockenröhre kann aus einem einzigen Stück bestehen, bleibt beiderseits offen und verjüngt sich an der der Luftpumpe zugekehrten Seite. Durch die andere Oeffnung kann die Substanz etc. eingeführt werden, als Verschluss benützt man einen Kautschukpfropf. Bei dieser Einrichtung ist es auch leicht möglich, die Trockenröhre mit einer beliebigen Gasart, wie H_2, CO_2 etc. zu füllen, was, wenn beim Trocknen die Luft vollständig ausgeschlossen sein muss, von Wichtigkeit ist. Erforderlich ist allein, dass der Verschlusspfropf eine Bohrung hat.

Mein hochgeehrter College Prof. Zulkowsky hat mehrere derartige Abänderungen mit Erfolg ausgeführt und sich durch directe Messungen überzeugt, dass die Temperatur im Innern der Trockenröhre vom Siedepunkt der Flüssigkeit, selbst bei Anwendung von so hochsiedenden Substanzen wie Anilin, kaum um 1^0 C. differirt.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Verhandlungen des naturforschenden Vereines in Brünn

Jahr/Year: 1877

Band/Volume: 16

Autor(en)/Author(s): Habermann J.

Artikel/Article: Ueber einen neuen Apparat zum Trocknen im Vacuum bei höherer Temperatur 263-269