

## Neue einfache Geräte im Laboratorium\*

Von ROBERT A. EGLI, dipl. Chem.  
Cilag AG, Schaffhausen

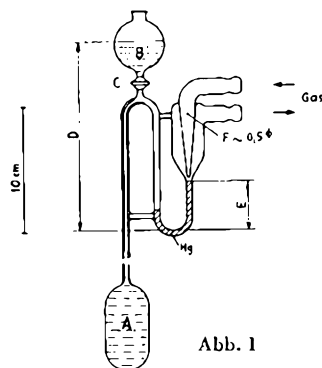
Im präparativen Labor sind die Möglichkeiten zur Automatisierung und Rationalisierung der Arbeitsvorgänge, verglichen mit dem analytischen Labor, naturgemäß viel beschränkter. Das Bedürfnis, Reaktionen unter kontrollierten und daher eher reproduzierbaren Verhältnissen durchzuführen, ist jedoch unzweifelhaft vorhanden. Als Beitrag auf diesem Gebiete sollen im folgenden einige Regelgeräte sowie auch einige andere Hilfsmittel beschrieben werden, die vom Verfasser entwickelt oder von bekannten Geräten aus weiterentwickelt wurden und die sich im praktischen Gebrauche bewährten.

### 1. Gas-Thermostat

Es gelingt mit diesem Thermostat, die Temperatur von Wasser- und Ölbädern auf etwa  $\pm 1^\circ\text{C}$  konstant zu halten, wobei aber für diese Genauigkeit die Bäder gerührt und mit möglichst kleiner Flamme geheizt werden müssen. Der Regler kann gut bis über  $250^\circ\text{C}$  verwendet werden.

Das Fühlergefäß *A* und das Vorratsgefäß *B* sind mit einer hochsiedenden Flüssigkeit, z. B. Dibutylphthalat, gefüllt. Bei offenem Hahn *C* hält die Flüssigkeitssäule *D* (Phtalat + Quecksilber) der Quecksilbersäule *E* das Gleichgewicht. Bei Inbetriebnahme wird das Gefäß *A* bei offenem Hahn *C* in zu regulierenden Bad aufgeheizt und bei Erreichung der gewünschten Bad-

temperatur der Hahn geschlossen. Bei weiterer Erwärmung des Phtalats wird das Quecksilber heraufgedrückt und die Gaszufuhr dadurch abgestellt. Der kleine Durchlaß *F* speist nur noch die Sparflamme des Brenners. Bei Abkühlung wird die Gaszufuhr wieder freigelegt.



### 2. Gasdruckregler für Gasflammen

Bekanntlich verursacht das Schwanken des Leuchtgasdruckes dem Chemiker viel Ärger. Vor allem über die Mittagszeit können dadurch die Temperaturen von z. B. gasbeheizten

\* Die Geräte können von der Firma W. Büchi, Glasapparatefabrik, Flawil, bezogen werden.

Autoklaven um viele Grade steigen oder fallen. Dies läßt sich mit einer äußerst einfachen Anordnung vermeiden:

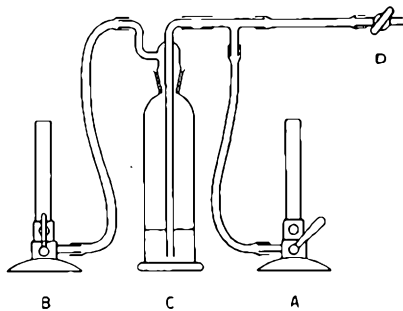


Abb. 2

Der Brenner *A* dient als konstant zu haltende Heizquelle. Die Flamme wird auf die ungefähr zu haltende Größe gebracht. Der Hahn *D* wird dabei so weit geöffnet, daß der ganz offene Brenner *B* etwa die Hälfte der möglichen Flammengröße erreicht. Die Waschflasche *C* enthält eine etwa 2 cm hohe Schicht von Phtalsäure-dibutylester oder eine andere Flüssigkeit mit geringem Dampfdruck. Sie läßt den Gasüberschuß bzw. den Überdruck entweichen, wobei dieses Gas im Brenner *B* vernichtet wird. Sinkt der Gasdruck, so wird die Flamme von *B* kleiner, steigt er, so wird sie größer, ohne daß die Flamme von *A* merklich beeinflusst wird. (Vorsichtshalber soll mit dem Anzünden des Brenners *B* etwas gewartet werden, bis die Hauptmenge der Luft in der Waschflasche durchgespült ist.)

### 3. Wasserstandregler

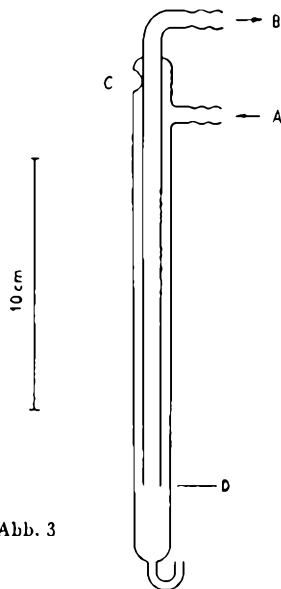


Abb. 3

Dieses Gerät dient zum steten Ersatz des in Wasserbädern verdampfenden Wassers. Es wird auf der gewünschten Höhe festgeklammert, bei *A* mit Wasser gespiesen und bei *B* an eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen. Die Öffnung *C* läßt Luft eintreten. Das Wasserniveau bleibt auf diese Weise auf der Höhe *D*.

### 4. Eintropfregulator

Dieses Modell ist eine Weiterentwicklung eines von H. STÜRZINGER für diesen Zweck verwendeten Kegelventils. Da-

mit können Flüssigkeiten gleichmäßig (z. B. über viele Stunden verteilt) in Reaktionsgemische eingetropft werden. Außer der Regulierschraube *A* und der dazugehörigen Gewindehülse *B* (aus Messing) sowie den Gummischlauchverbindungen *C* und *D* besteht alles aus Glas. Die in das verdickte Rohr *E* genau eingepaßte Spindel wird oben mit Vaseline abgedichtet. Der Kegel *F* wird in den Konus *G* von etwa 1 mm Durchtritts-

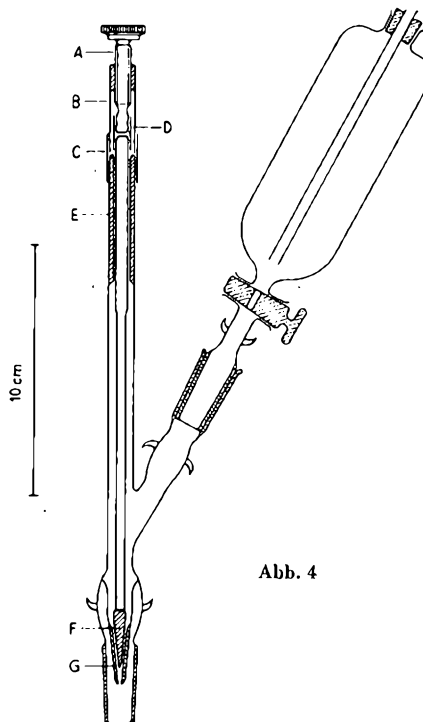


Abb. 4

öffnung eingeschliffen. Zur Konstanthaltung der Tropfgeschwindigkeit ist selbstverständlich auch die Konstanz des Flüssigkeitsdruckes über dem Ventil erforderlich. Dies erfolgt wie üblich (siehe Abb. 4). Mit Vorteil werden graduierte Tropfzylinder verwendet. Es können aber auch gewöhnliche Tropftrichter beliebiger Größe eingesetzt werden.

### 5. Dampfstrahlsauger

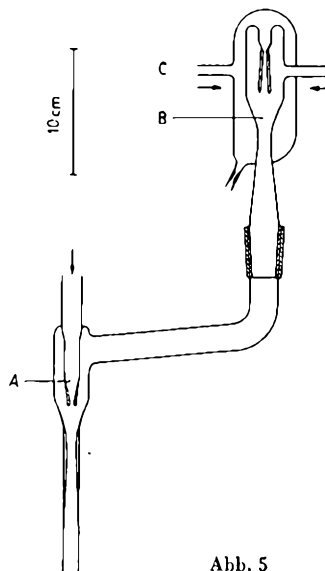


Abb. 5

Dampfstrahlsauger mit Wasserstrahlpumpen als Vorvakuum pumpen bis auf etwa 2 Torr herunter. Für käufliche Geräte müssen infolge der in einer Vertikalen angeordneten und daher hohen Bauart meistens spezielle Wasserleitungsinstallationen vorgenommen werden. Der skizzierte, vollständig aus Glas hergestellte Apparat ist dank einer Schliffverbindung in zwei leicht zu installierende und zu reinigende Teile zerlegbar. Die das Vorvakuum liefernde Wasserstrahlpumpe *A* mit der zwei- bis dreifachen Saugleistung einer gewöhnlichen Pumpe kann an den für gewöhnliche Wasserstrahlpumpen üblichen Stellen angeschlossen und auch für andere Zwecke verwendet werden. Der Düsenteil *B* wird von einem Heizmantel, der zugleich als Kondenswasserabscheider dient, umschlossen. Er verhindert Störungen durch Kondensation und Eisbildung. Bei *C* wird Dampf von Normaldruck bis wenig Überdruck (0 bis 0,5 atü) eingeleitet. Dabei muß bei einem engsten Durchmesser der Düse von z. B. 1,5 mm das unter der Düse befindliche Rohr einen engsten Durchmesser von etwa 10 bis 11 mm besitzen. Bei höherem Druck des Dampfes (z. B. 2 bis 3 atü) kann vor den Dampfeintritt ein Kapillarrohr als Blende vorgeschaltet werden.

### 6. Umwälzpumpe

Dieses System ist für Eiswasserkühlungen verwendbar. Die Strömungsgeschwindigkeit hängt stark von den Dimensionen der Apparatur ab und ist relativ klein. Mechanisch betätigte Umwälzpumpen sind dieser Pumpe, abgesehen vom Preis, selbstverständlich überlegen.

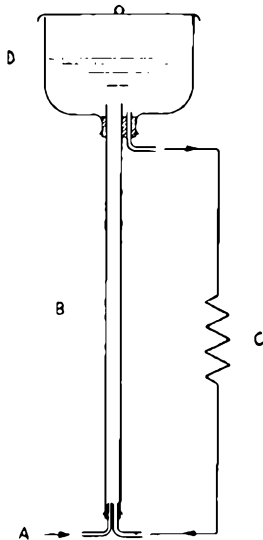


Abb. 6

Bei *A* wird Druckluft (z. B. von einem Wasserstrahlgebläse) eingeblasen, wodurch die mittlere Dichte im Rohr *B* geringer wird und eine Aufwärtsströmung stattfindet. Im schematisch skizzierten Kühler *C* fließt das Eiswasser wieder nach unten. In Gefäß *D* (z. B. mit einem großen Exsikkatordeckel improvisierbar) wird von Zeit zu Zeit wieder Eis zugegeben.

### 7. Vakuumsublimator

Das Wesentliche dieser einfachen Neukonstruktion liegt darin, daß bereits sublimierte Kristalle nicht mehr in den Kolben zurückfallen können. Die Ausführungsform *A* wurde vorwiegend für analytische, die Form *B* für präparative Zwecke (bis zu etwa 100 g) verwendet.

Der Schliff *e* wird an die Vakuumleitung angeschlossen und der vorteilhaft mit Silikon-Fett gedichtete Schliff *d* gut an den Kolben angepreßt. Nun wird der ganze S-Bogen bis zur Höhe *c* in das Heizbad eingetaucht.

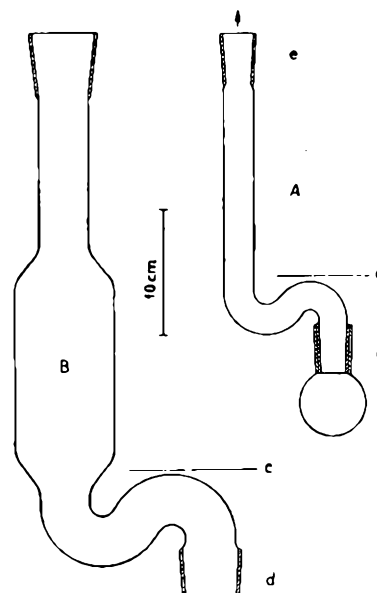


Abb. 7

Der Cilag Aktiengesellschaft, speziell den Herren Dr. H. MARTIN und Dr. C. RICHTER, sei für die Erlaubnis zur Veröffentlichung bestens gedankt. Ferner sei auch an dieser Stelle dem Glasbläser Herrn E. TSCHOPE für seine sorgfältige Mitarbeit der Dank ausgesprochen.