

Laboratoriumsgeräte und Apparate

Sinterglas-Filtergeräte

Die verschiedenen älteren Filtermaterialien, wie Papier, Gewebe, Asbest, Glaswolle, Sand u. dgl. weisen mancherlei bekannte Nachteile auf. Zur Beseitigung der daherigen Fehlerquellen wurden Filterplatten aus *gesintertem Glaspulver* hergestellt, deren Korngröße sehr genau kontrolliert werden kann. Das sortierte Glaspulver wird in flache Formen eingefüllt und so lange erhitzt, bis der gewünschte Zusammenhang zwischen den einzelnen Körnern eingetreten ist. Die Schichtdicke, die Temperatur und die Zeitdauer der Erhitzung sind Faktoren, deren Beobachtung und Überwachung bedeutende Erfahrungen und eine große Geschicklichkeit voraussetzen.

Nach dem Erkalten der porösen Filterplatten, deren Durchlässigkeit durch die gewählte Korngröße bedingt ist, werden die Platten in die Glasgeräte eingeschmolzen. Die fertigen Geräte werden schließlich in einem Muffelofen langsam auf 600° erhitzt, wobei sich vorhandene Spannungen in der Masse ausgleichen können. Nach einem langandauernden Kühlprozeß sind die Sinterglas-Filtergeräte (im nachfolgenden mit S.F.G. bezeichnet) sehr widerstandsfähig gegenüber plötzlichen Temperatur- und Druckschwankungen.

Besondere Vorzüge der S.F.G. sind deren Durchsichtigkeit, die Möglichkeit, rasch und sauber zu filtrieren, die Unempfindlichkeit gegen kochendes Wasser und heiße Säuren, endlich ihre große Trocknungsgeschwindigkeit.

Praktische Erfahrungen haben nun gezeigt, daß über die Handhabung und die Verwendungsmöglichkeiten der S.F.G. vielfach noch Unklarheit besteht.

Neben der schonenden Behandlung und der sorgfältigen Aufbewahrung der S.F.G. ist von grundlegender Bedeutung, daß neue Geräte zunächst mit heißer Salzsäure, sodann mit destilliertem Wasser (bis zur neutralen Reaktion des Filtrates) durchgewaschen werden, bevor sie zur Verwendung kommen. Auf diese Weise werden etwaige lose Glaspartikel, Staub u. dgl. entfernt. Besonders bei quantitativen Arbeiten ist daher diese Maßregel unerlässlich.

Ein weiterer Punkt, der Beachtung verdient, ist die Druckempfindlichkeit der S.F.G. Selbstredend dürfen Niederschläge nicht unter Anwendung von

Gewalt vom Filter abgehoben werden. Aber auch starke Druckschwankungen halten die S.F.G. nur selten aus. Wenn sie zwar in der Regel einem Druckunterschied von etwa 1 at widerstehen, so können plötzliche Druckstöße beim Absaugen usw. leicht zum Bruche der Filterplatte führen.

Die Reinigung der Filter erfolgt am besten auf mechanischem Wege durch Rückspülung an der Wasserleitung, d. h. durch Herausschwemmen des Niederschlages von der Unterseite des Filters her. Niederschläge, welche auf diese Weise nicht vom Filter entfernt werden können, werden mit den entsprechenden Lösungsmitteln beseitigt. So werden gelöst:

Fette	mit Tetrachlorkohlenstoff
Eiweiß	heißem Ammoniak oder Salzsäure
organische Substanzen	heißer Schwefelsäure, die mit Nitrat versetzt wurde
Kupferoxyd	heißer Salzsäure + Kaliumchlorat
Bariumsulfat	konzentrierter Schwefelsäure
Silberchlorid	Ammoniak oder Natriumthiosulfat

Die Porenweite der S.F.G. wird in Tausendstel-Millimeter (Mikron) gemessen. Für praktische Zwecke werden, wie wir einem Artikel von J. C. P. SMITH in «Industrial Chemist» (Juni 1943) entnehmen, die S.F.G. in die folgenden 7 Gruppen eingeteilt:

Nr. 00	Mittlerer Porendurchmesser	200 — 500 Mikron
Nr. 0	Mittlerer Porendurchmesser	150 — 200 Mikron
Nr. 1	Mittlerer Porendurchmesser	90 — 150 Mikron
Nr. 2	Mittlerer Porendurchmesser	40 — 90 Mikron
Nr. 3	Mittlerer Porendurchmesser	15 — 40 Mikron
Nr. 4	Mittlerer Porendurchmesser	5 — 15 Mikron
Nr. 5 + 3	Mittlerer Porendurchmesser	0,7 — 3 Mikron

Nach ihrem Verwendungszwecke geordnet, dienen die S.F.G. wie folgt:

Nr. 00 vor allem als Unterlage für stückiges Material bei Reaktionen, welche sich in einer gasförmigen oder flüssigen Phase abspielen;

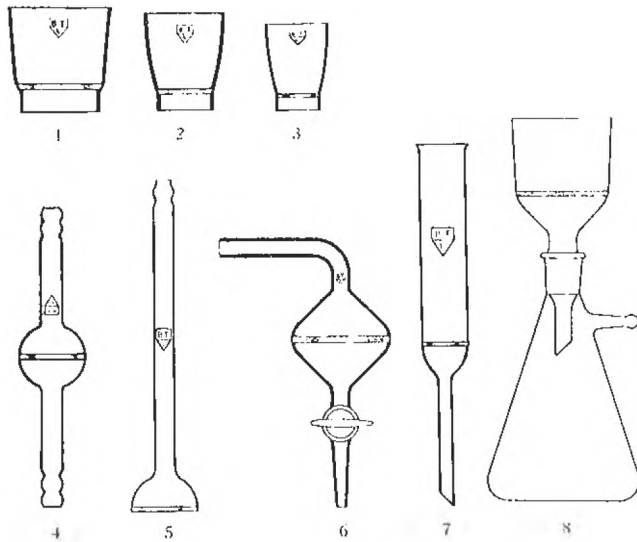
Nr. 0 zur Gasverteilung in Flüssigkeiten bei schwachem Gasdruck;

Nr. 1 zur Filtration von grobkörnigen (kristallinen) Niederschlägen;

Nr. 2 zur Filtration feiner Niederschläge sowie auch zur Gasverteilung in Flüssigkeiten bei einem Druck bis zu 40 mm Quecksilbersäule;

Nr. 3 zur Abscheidung grober Präzipitate oder von mittelfeinen Niederschlägen bei analytischen und präparativen Arbeiten. Dieses S.F.G. findet auch mit Vorteil Verwendung als wirksamer Gasreiniger und zur Gasverteilung bei 70–90 mm Hg;

Nr. 4 zur Abtrennung sehr feiner Niederschläge (wie z. B. BaSO₄, Cuproxyd u. dgl.). Es dient auch zur Beseitigung von Sedimenten aus starken Säuren und Basen;



Eine Anzahl von Sinterglas-Filtergeräten
(Beschreibung im Text)

Nr. (5 + 3) wird vorteilhafterweise als Bakterienfilter und für die Filtrier-Sterilisation benutzt. Die engporige Filterschicht der Nummer 5 wird hierbei durch das gröbere Filter Nr. 3 vor Verletzungen geschützt.

Die nachfolgenden Beispiele zeigen eine Anzahl von Verwendungsmöglichkeiten von S.F.G., ohne daß damit dieses Gebiet erschöpft wäre.

Sinter-Glasnutschen und Trichter (Abb. 1–3 sowie 8). Sie werden im allgemeinen für die direkte Filtration verwendet. Ist das Gerät mit einem Normschliff versehen, so wird die Sauberkeit und Sterilisationsfähigkeit erhöht. In vielen Fällen werden die S.F.G.-Nummern (5 + 3) direkt auf die Flaschen für sterile Flüssigkeiten aufgesetzt. Diese besitzen am Boden einen Hahn, der das Abfüllen erleichtert.

Immersions- und LeitungsfILTER (Abbildungen 4 + 5). Diese Geräte leisten gute Dienste, wenn große Mengen von Flüssigkeit zu filtrieren sind, welche nur geringe Mengen von Verunreinigungen enthalten. So werden Immersionsfilter verwendet, um die obere Flüssigkeitsschicht aus Klärgefäßen oder bei der Ausfrierkristallisation sauber

abzuzapfen, ohne daß die Flüssigkeit umgegossen werden müßte.

Druckfilter (Abb. 6) verdienen eine weit größere Verbreitung, als es bisher der Fall gewesen ist. Sie sind besonders wertvoll, wenn es sich darum handelt, leichtverdampfbare Flüssigkeiten, auch bei hohen Temperaturen, zu filtrieren, wenn diese feinveteilte Verunreinigungen oder Substanzen enthalten, die leicht auskristallisieren. Diese Geräte können mit einer Druckluftleitung, mit der Handpumpe oder auch mit der Druckflasche (Vorsicht!) in Betrieb gesetzt werden. Es sind Druckfilter bis zu 1,3 Liter Inhalt, welche einen Druck bis zu 1 at aushalten, im Handel erhältlich.

Mikrofilter, ebenso Immersionsfilter der Mikrotyp, haben den Vorteil, daß die zu filtrierende Flüssigkeitsmenge nur gering zu sein braucht, was die nachfolgende Trocknung des Niederschlags erleichtert. Es werden auch besondere Einsatzfilter für Zentrifugengläser hergestellt. Verwendet man diese Einsätze in den üblichen Zentrifugen, so wird ein höherer Filterdruck erzielt als etwa bei der Vakuumfiltration.

Extraktoren und Soxhlet-Apparate (Abb. 7). In diesen Geräten wird der zu extrahierende Stoff auf grobporige Sinterglas-Scheiben (Nr. 0 und 1) gebracht, während eine zweite Scheibe dazu dienen kann, die Flüssigkeit in feine Tropfen zu verteilen. Die Extraktionsflüssigkeit vermag dann das Extraktionsgut von oben nach unten oder auf dem umgekehrten Wege zu durchdringen. Normalisierte Einsatzstücke, welche in die standardisierten Soxhlet-Apparate von 100 und 200 cm³ Inhalt passen, sind erhältlich.

Gaszerzeuger. In diesen Apparaten dienen grobkörnige Sinter-Glasfilter (Nr. 00), wie bereits erwähnt, als Träger für feste Reagenzien. Sie bieten weder der Flüssigkeit noch dem entweichenden Gas nennenswerten Widerstand. S.F.G. für chromatographische Röhren, ebenso Quecksilberventile, wie solche im Anschützmanometer benutzt werden, sind hier zu nennen.

Gas-Verteiler und -Wäscher. Unter Zuhilfenahme des Gasverteilers können Reaktionen zwischen einem Gas und einer Flüssigkeit ausgeführt werden, wobei das Gas beim Einleiten in den Flüssigkeitsbehälter sehr fein verteilt wird.

Demgegenüber wird im Gas-Wäscher das Gas vor der Einbringung in die Flüssigkeit von Staub, Rauch usw. gereinigt.

Die Wirkung der S.F.G. beruht hierbei weniger auf der Durchlässigkeit der Poren als auf der Tatsache, daß die raschbewegten Gas- oder Dampfpartikeln zu einer plötzlichen Richtungsänderung gezwungen werden. Es können daher relativ grobporige Filter benutzt werden, welche größere Gas-

mengen in der Zeiteinheit durchlassen. Außerdem werden die Poren mit einem, die betreffenden Verunreinigungen auflösenden oder absorbierenden Film benetzt, der sich durch den Zufluß reiner Flüssigkeit ständig erneuert.

Dampfmischer. Sollen wäßrige Lösungen mit Dampf erhitzt werden, so leisten die Immersionsfilter gute Dienste. Durch die feine Verteilung der Dampfblasen tritt eine rasche Erhitzung der Flüssigkeit ein, gleichzeitig wird das lästige Geräusch vermieden, das beim Einleiten von Dampf in kalte Flüssigkeiten in der Regel eintritt. So konnte beispielsweise mit einem Gasverteilerrohr von rund 43 mm Durchmesser und einer Gesamtfläche von etwa 97 cm² mit Heißdampf bei 0,7 kg Druck ein Liter Wasser im offenen Becher innert 2,5 Minuten von 13° auf 95° erhitzt werden.

Emulgier-Rührer. Am unteren Ende eines Glasrohres werden Querröhrchen mit Sinterglas-Scheiben angeordnet. Wird dieses Rührwerk in eine Flüssigkeit eingetaucht und in rasche Bewegung versetzt, so bildet eine durch das Innenrohr eingeleitete Flüssigkeit mit der im Gefäße befindlichen eine außerordentlich homogene Emulsion. Die Wirkung der Zentrifugalkraft und die Feinstverteilung durch die Filterporen unterstützten sich hierbei gegenseitig.

Zerbrochene S. F. G. - Stücke dienen noch als wertvolles Füllmaterial für Gasaustauscher und für ähnliche Zwecke. Gepulvertes Sinterglas in den verschiedenen Korngrößen dient als Poliermaterial, an Stelle von Sand für trockene Heißbäder, als Hilfsmittel beim Filtrieren usw.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß das Sinterglas für den Chemiker ein sauberes und dauerhaftes Hilfsmittel darstellt. Es besitzt die Neutralität des Glases, fasert nicht wie organische Filterstoffe, ist von meßbarer Durchlässigkeit und verträgt hohe Temperaturen.

A. Ebert

Die Spritze als Scheidetrichter

Zur Trennung kleiner Flüssigkeitsmengen sind Scheidetrichter recht unpraktisch, selbst wenn man sie in entsprechender Größe vom Glasbläser herstellen läßt. Auch die Verwendung von Pipetten zu diesem Zweck ist nur ein Notbehelf. Sehr gut geht aber die Trennung in einer Glasspritze. Die für medizinische Zwecke serienweise hergestellten Injektions-spritzen sind verwendbar, selbstverständlich unter Weglassung der Metallnadel. Eine etwas längere Glasspitze wäre allerdings wünschenswert.

Die Arbeitsweise ergibt sich fast von selbst. Man schüttelt in einer Pulverflasche mit gut schließendem Stopfen oder in einem weithalsigen Wägegläschen, läßt absitzen und nimmt dann die obere Schicht und was von der unteren Schicht mitkommt in die Spritze. Bei senkrecht gehaltener Spritze ist es dann ein leichtes, die untere Schicht zurückfließen zu lassen. Die Trennung ist schärfer als im Scheidetrichter, wo im Hahn ein toter Raum vorhanden ist. Auf diese Weise ist es möglich, kleine Proben mit organischen Lösungsmitteln auszuziehen, oder auch kleine Mengen organischer Flüssigkeiten mit konzentrierter Schwefelsäure auszuschütteln.

E. Herzog