

## Laboratoriumsmitteilungen

### Über eine neue Heizmöglichkeit im chemischen Laboratorium

Im chemischen Laboratorium ergibt sich oft die Notwendigkeit, irgendein Reaktionsgut längere Zeit auf erhöhter Temperatur zu halten, sei es, daß eine Reaktion (z. B. eine Veresterung) stundenlanges Erhitzen auf 100° und mehr verlangt, sei es, daß ein Lösungsmittel abgedampft werden muß usw. Hierzu stehen üblicherweise Wasserbad, Ölbad, Sandbad, Luftbad, direkte Beheizung durch Gasflamme oder elektrische Heizplatte oder als modernstes Hilfsmittel Beheizung durch ein «heating jacket» zur Verfügung. Alle diese Heizmethoden beheizen das Reaktionsgut über die Gefäßwand und sind, wie jeder experimentell arbeitende Chemiker wohl erfahren hat, nur schwierig genau auf eine bestimmte Temperatur einzustellen. Manche der obenerwähnten Heizmethoden — insbesondere wenn Temperaturen über 150° benötigt werden und das Reaktionsgut feuergefährlich ist — tragen auch Brandgefahr in sich und das beheizte Reaktionsgut kann nicht ohne Aufsicht (z. B. über Nacht) belassen werden.

Die Anwendung der «Philips-Infrarot-Trockenstrahler» zu Trocknungszwecken im Laboratorium zeigte, daß diese Lampen eine außerordentlich starke Wärme entwickeln und legte den Gedanken nahe, dieselben als Heizquelle für Reaktionen und Destillationen zu versuchen. Beim Infrarot-Trockenstrahler handelt es sich um eine serienmäßig hergestellte Lampe von 250 Watt (220 Volt), die innen einen Spiegel besitzt, der die vom Heizfaden ausgehenden Strahlen ähnlich einem Scheinwerfer nach vorne spiegelt. Diese Lampe wurde nun auf einem Stativ direkt unter dem Glasgefäß mit dem Reaktionsgut angeordnet, so daß der Abstand zwischen

dem Reaktionsgefäß und dem Trockenstrahler 1 bis 2 cm betrug. In den Glaskolben wurden 200 cm<sup>3</sup> Lösungsmittel eingefüllt und mit Hilfe eines Thermometers am Boden des Glaskolbens und eines zweiten Thermometers mitten im Lösungsmittel die Geschwindigkeit der Temperaturerhöhung nach Einschalten des elektrischen Stromes gemessen. Tab. 1 bis 5 zeigen, daß Wasser in 30 Min. zum Sieden kommt, konzentrierte Essigsäure in 14 Min., Benzol in 7½ Min., Äthylalkohol in 9 Min., Äther in 1,5 Min., bezogen auf je 200 cm<sup>3</sup> Lösungsmittel und einem Abstand von 1 bis 2 cm zwischen Reaktionskolben und Trockenstrahler. Die Temperatur kann durch Veränderung des Abstandes oder noch besser durch einen kleinen Schiebewiderstand reguliert werden; da die Lampen nur etwa 1,1 Ampere verbrauchen, kann dieser Widerstand klein bemessen werden. Wie die Tabellen zeigen, scheint bei dieser Heizungsart das Reaktionsgut nicht nur über die Gefäßwand beheizt zu werden, sondern auch direkt durch Absorption der Infrarot-Strahlung im Reaktionsgut. Der Temperaturunterschied zwischen der Temperatur, gemessen am Gefäßboden, und der Temperatur, gemessen in der Flüssigkeit, ist nämlich geringer als bei Heizung durch Gasflamme oder durch elektrische Heizplatte.

Die bisher bei praktischer, experimenteller Arbeit gemachten Erfahrungen mit dieser Heizart waren sehr befriedigend, insbesondere dann, wenn über längere Zeit unbeaufsichtigt geheizt werden mußte; Brandgefahr ist ausgeschlossen. Die Vorteile dieser Heizart im Laboratorium liegen auf der Hand: gleichmäßige, milde, Überhitzungen ausschließende Beheizung, gute Regulierbarkeit der Wärme, Ausschließen der Brandgefahr und schließlich Billigkeit.

T a b. 1

*Heizversuch mit destilliertem Wasser*200 cm<sup>3</sup> Wasser in 500 cm<sup>3</sup> Pyrex-Rundkolben, Abstand 2 cm

| Zeit (Minuten) | Temperatur am Gefäßboden | Temperatur an Flüssigkeitsoberfläche |
|----------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 0              | 18°                      | 18°                                  |
| 5              | 34°                      | 35°                                  |
| 10             | 57°                      | 58°                                  |
| 15             | 70°                      | 70°                                  |
| 20             | 81°                      | 82°                                  |
| 25             | 91°                      | 92°                                  |
| 30             | 98°                      | 98°                                  |
|                | Sieden setzt ein         |                                      |

T a b. 2

*Heizversuch mit Essigsäure*200 cm<sup>3</sup> Essigsäure in 500 cm<sup>3</sup> Pyrex-Rundkolben, Abstand Trockenstrahler-Gefäßboden: 2 cm

| Zeit (Minuten) | Temperatur am Gefäßboden | Temperatur an Flüssigkeitsoberfläche |
|----------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 0              | 26°                      | 26°                                  |
| 2              | 38°                      | 38,5°                                |
| 4              | 63°                      | 64°                                  |
| 6              | 73°                      | 74°                                  |
| 8              | 85°                      | 85°                                  |
| 10             | 99°                      | 98°                                  |
| 12             | 109°                     | 109°                                 |
| 14             | 116°                     | 116°                                 |
|                | Sieden setzt ein         |                                      |

T a b. 3

*Heizversuch mit Benzol*200 cm<sup>3</sup> Benzol in 500 cm<sup>3</sup> Pyrex-Rundkolben, Abstand Trockenstrahler-Gefäßboden: 2 cm

| Zeit (Minuten) | Temperatur am Gefäßboden | Temperatur an Flüssigkeitsoberfläche |
|----------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 0              | 20°                      | 20°                                  |
| 1,5            | 30°                      | 30°                                  |
| 3              | 47°                      | 46°                                  |
| 4,5            | 59,5°                    | 59°                                  |
| 6              | 77°                      | 76°                                  |
| 7,5            | Sieden setzt ein         |                                      |

T a b. 4

*Heizversuch mit Äthylalkohol 96 %*200 cm<sup>3</sup> Alkohol in 500 cm<sup>3</sup> Pyrex-Rundkolben, Abstand 2 cm

| Zeit (Minuten) | Temperatur am Gefäßboden | Temperatur an Flüssigkeitsoberfläche |
|----------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 0              | 20°                      | 20°                                  |
| 3              | 43°                      | 41°                                  |
| 6              | 63°                      | 62°                                  |
| 9              | 78°                      | 78°                                  |
|                | Sieden setzt ein         |                                      |

T a b. 5

*Heizversuch mit Di-Äthyläther*200 cm<sup>3</sup> Äther in 500 cm<sup>3</sup> Pyrex-Rundkolben, Abstand Trockenstrahler-Gefäßboden: 2 cm

| Zeit (Minuten) | Temperatur am Gefäßboden | Temperatur an Flüssigkeitsoberfläche |
|----------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 0              | 20°                      | 20°                                  |
| 1              | 31°                      | 30°                                  |
| 1,5            | 36°                      | 36°                                  |
|                | Sieden setzt ein         |                                      |

A. v. BRASCH

**Détermination rapide du Nickel dans les alliages**

Depuis plus de deux ans, j'emploie une nouvelle méthode pour déterminer la présence du Nickel et des traces de celui-ci dans les alliages. Ce nouveau procédé qui, à ma connaissance, n'a jamais été décrit dans un livre ni dans aucun journal de chimie a l'avantage d'être très rapide. Il peut devenir par la suite le point de départ d'une nouvelle méthode générale pour la détermination qualitative des métaux.

Comme principal instrument de travail j'emploie une pierre de touche (pierre lydienne), pierre noire ou rouge qu'emploient les essayeurs du commerce et les bijoutiers afin de déterminer le titre approximatif des alliages d'or, d'argent ou de platine. Cette pierre qui est un silicate d'alumine et de fer etc. a la propriété de ne pas être attaquée par les acides ordinaires. Elle a en plus l'avantage de posséder un grain très fin.

*Mode opératoire*

Sur la pierre de touche, légèrement grasse, je frotte un alliage renfermant du Nickel de manière à obtenir un large trait d'au moins 5 mm. de largeur.

Cette touche métallique est exposée pendant 8 à 10 secondes aux émanations de gaz chlore ou de brome qui se dégagent d'un flacon fraîchement débouché. Sur cette touche à la fois chlorurée (bromurée) et oxydée je laisse tomber une goutte d'une solution alcoolique de diméthylglyoxime. La tache rose qui caractérise la présence du Nickel apparaît instantanément. En laissant évaporer l'alcool la coloration rose devient plus intense.

Par cette méthode on peut déterminer le Nickel en présence de beaucoup de fer sans l'aide d'acide tartrique ni d'ammoniaque.

La rapidité et la sûreté de l'opération sont étonnantes.

Il est à remarquer, d'autre part, que si l'on veut déterminer la présence du Nickel sur la surface d'un objet, on peut opérer directement sur l'objet lui-même, sans l'aide de la pierre de touche.

En place de gaz chlore ou de brome on peut se servir au besoin des vapeurs chlorhydriques d'un flacon d'acide chlorhydrique. La réaction ne sera cependant pas aussi sensible.

#### *Détermination des autres métaux*

Pour déterminer la présence d'Aluminium on expose la touche 30 secondes aux émanations du gaz chlore ou brome, on place ensuite sur cette touche une goutte d'une dissolution de «Morin» dans l'acide acétique. La fluorescence verte qui caractérise Al apparaît alors rapidement. En place du réactif

indiqué ci-dessus on peut se servir d'une goutte d'une dissolution d'«Alizarine S». Nous obtiendrons alors la belle coloration rouge écarlate qui caractérise la présence d'Aluminium.

Avec cette méthode, comme j'ai déjà pu m'en apercevoir, toutes les touches de métaux communs donnent des colorations avec certains réactifs organiques comme le diphenylthiocarbazon, nitroso-beta-naphtol, diméthylaminobenzylidinderhodanine, etc. Pour un chimiste qui pourrait disposer de son temps, il y aurait certainement là une jolie étude à entreprendre.

G. BORLOZ