

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1889. Heft 2.

Verbesserter Soxhlet-Szombathi-Extraktionsapparat.

Von

F. M. Horn,

Assistent an der k. k. techn. Hochschule in Wien.

Beinahe alle Extraktionsapparate leiden an dem Übelstande, dass als Dichtungsmittel Körner gebraucht werden. Durch die Lösungsmittel werden namhafte Mengen verschiedenartiger Stoffe wie: Gerbstoffe, Farbstoffe, Cerin, Harz, Wachs u. dgl. in Lösung übergeführt und dadurch Fehler bedingt, welche je nach der Menge der in Arbeit genommenen Probe 0,3 bis 0,6 Proc. ausmachen können.

Es ist auffallend, weshalb man nicht versuchte, wenigstens die für wissenschaftliche Zwecke zu verwendenden Extraktionsapparate derart zu verändern, dass Körner¹⁾, Kautschuk u. dgl. ausgeschlossen sind.

Chevreul (1815) gibt an, dass er durch 20 maliges Kochen des Korkes mit Wasser 14,25 Proc. Verlust und durch 50 maliges Ausziehen mit Alkohol noch 16 Proc. Verlust beobachtete, was mir zu hoch gegriffen erscheint, indem, wie aus v. Höhnel's Versuchen²⁾ und auch aus denen Anderer hervorgeht, nie mehr als 13 Proc. durch Alkohol ausziehbare Stoffe zu erhalten sind.

Es wurde die Untersuchung in der Richtung neuerdings durchgeführt; 16 g geraspelter, bei 100° getrockneter Kork wurden in 500 cc destillirtes Wasser 14 Stunden quellen gelassen, hierauf 6 Stunden gekocht, abfiltrirt und mit heißem Wasser gut gewaschen, wobei 7,3 Proc. in Wasser lösliche Bestandtheile erhalten wurden; dieser ausgekochte Kork mit Alkohol ausgezogen gab 5,3 Proc. Lösliches.

Die Lösungsmittel nehmen somit Stoffe aus dem Kork auf, deren Menge einerseits von der Art des Lösungsmittels und der

Dauer der Einwirkung desselben, andererseits von der Beschaffenheit des Korkes selbst abhängig erscheint.

Es ist selbstverständlich, dass die angeführten Zahlen, die sich auf geraspelten Kork beziehen, bedeutend kleiner ausfallen müssen, wenn man ganze Körner einer Auslaugung unterwirft.

Selbst wenn man von dem Kunstgriffe Gebrauch macht, die zu verwendenden Körner vorher mit Alkohol auszuziehen, so wird nur theilweise der erwähnte Übelstand beseitigt, da durch das nachfolgende Quetschen und Bohren des Korkes die Membranen einer Unzahl von Korkzellen zer-

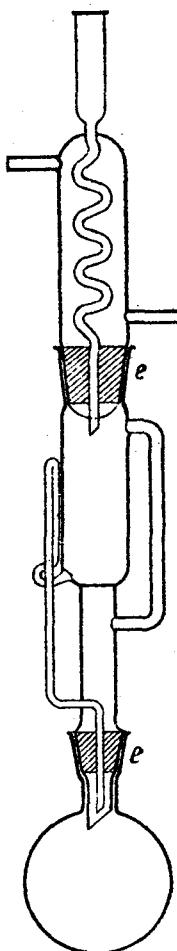


Fig. 18.

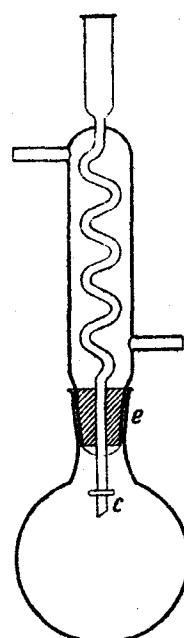


Fig. 19.

stört, blosgelegt und dadurch der Einwirkung des Lösungsmittels zugänglich gemacht werden.

Ferner ist zu bemerken, dass nach sehr kurzer Zeit Körner, welche bei Auslaugungsapparaten in Verwendung stehen, undicht werden und immer durch neue ersetzt werden müssen, welche mehr Stoffe an die Lösung abgeben, als länger gebrauchte.

¹⁾ Von den älteren Autoren, die den Kork und dessen Bestandtheile untersucht haben, seien nur erwähnt:

Fourcroy, Dessen System 8 S. 98;

Chevreul, Lieb. Ann. 62 S. 323;

Döpping, Ann. Pharm. 45 S. 290;

Mitscherlich, Ann. Pharm. 75 S. 310.

²⁾ Über Kork" Sitz.-Bericht d. A. d. W. in Wien, J. 1877, I. Abth., p. 507.

Bei dem verbesserten Apparate erscheint der besprochene Übelstand beseitigt, da die einzelnen Theile des Auslaugeapparates in einander geschliffen sind, und durch passende Zusammenstellung der möglichst günstige Erfolg erzielt wird.

Der Apparat ist etwa 70 cm lang; die Kühlung der Dämpfe wird mittels Schlangenrohr bewirkt, was bekanntlich nur ein Vortheil ist. Bei e sind die Theile eingeschliffen (Fig. 18).

Handelt es sich nicht darum, gewogene Niederschläge u. dgl. auszulaugen, sondern nur darum, Auszüge gewisser Stoffe zu erhalten, so kann man sich mit Vortheil des in Fig. 19 abgebildeten Apparates, der dem Wesen nach aus einem Kolben mit eingeschliffenem Schlangenkühler besteht, bedienen.

Die Probe wird in ein kleines doppelt genähtes Leinensäckchen gebracht, welches vorher gut mit verdünnter Kalilauge, Wasser, sehr verdünnter Schwefelsäure, abermals mit destillirtem Wasser, hierauf mit Alkohol und Äther ausgekocht wurde. Das Säckchen wird mit einem Faden zugebunden und mit demselben oder mit einem Platindrahte an dem ringförmigen Wulst c (Fig. 19) des Abtropfrohres befestigt, hierauf wird der Kühler in den Hals des Kolbens eingefügt und erwärmt, wobei das verflüssigte Lösungsmittel ununterbrochen auf das Säckchen tropft.

Es sind also alle Korkverbindungen vermieden, die Kühlung der Dämpfe ist die möglichst beste, die Apparate sind zufolge ihrer geringen Grösse recht handlich. Die Verluste an Lösungsmitteln durch die Dichtungen an den Einschleifstellen sind unbedeutend³⁾.

Laboratorium des Herrn Prof. Dr. J. J. Pohl.
Wien, am 21. December 1888.

Über die Gewichtsbestimmung des Glycerins durch Oxydation mit Kaliumpermanganat in saurer Lösung.

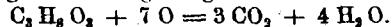
Von
H. Grünwald.

Das neue Verfahren zur Bestimmung des Glycerins von V. Planchon (Z. 1888 S. 499) gründet sich auf die vollständige Oxydation

³⁾ Die Apparate, sowie etwaige Ersatzstücke sind in guter Ausführung von dem Glaskünstler C. Woytaček, Wien, VII. Westbahnstrasse No. 3 zu beziehen.

des Glycerins durch Permanganat in schwefelsaurer Lösung zu Kohlensäure. Planchon sagt bezüglich der Einrichtung des von ihm angewendeten Apparates nur, dass derselbe aus einer Reihe von Behältern besteht, welche zur Entfernung des beim Erhitzen der sauren Flüssigkeit entwickelten Wasserdampfes dienen, sowie einer Reihe von Gefässen, in welchen die ausgetriebene Kohlensäure durch Natronkalk gebunden und als dann gewogen wird.

Bei der Prüfung dieses Verfahrens fand ich, dass man nach demselben allerdings gute Resultate erzielt, und dass die Oxydation des Glycerins mit Permanganat in saurer Lösung vollständig ist gemäss der Gleichung:



Indessen ergab sich aus einer grossen Anzahl von Versuchen, dass der zur Absorption der Kohlensäure von Planchon empfohlene Natronkalk nicht geeignet war, und ich gelangte erst dann zu brauchbaren Resultaten, als ich statt desselben Kalilauge anwendete, welche sich in einem Liebig'schen Kugelapparat befand. Zur Zurückhaltung des Wassers diente ein mit Chlorcalciumstücken gefüllter Thurm, an welches noch eine Chlorcalciumröhre angefügt war. Die Erhitzung des sauren Gemisches geschah in einem Rundkolben auf dem Drahtnetz mit mässiger Flamme. Wie auch Planchon bemerkt, war die hierbei auftretende Kohlensäureentwicklung ruhig und gleichmässig. Die Dauer eines jeden Versuches betrug etwa 1 Stunde, so dass das Verfahren wegen der schnellen und leichten Ausführbarkeit namentlich für praktische Zwecke Beachtung verdient. Die Resultate von 12 Analysen, welche ich ausgeführt habe, theile ich in Folgendem mit, um die Genauigkeit der Methode erkennen zu lassen:

Angewandte Menge Glycerin*) g	Gefundene Menge Kohlensäure g	Entsprechende Menge Glycerin g	Differenz Proc.
0,2538	0,3703	0,2581	+ 1,69
0,3411	0,4803	0,3348	- 1,85
0,3550	0,5001	0,3486	- 1,80
0,3550	0,5195	0,3621	+ 2,00
0,3550	0,5019	0,3498	- 1,46
0,4775	0,6732	0,4692	- 1,74
0,4775	0,6701	0,4670	- 2,20
0,4775	0,7020	0,4893	+ 2,47
0,5457	0,7899	0,5498	+ 0,79
0,5457	0,7805	0,5440	- 0,31
0,6821	0,9632	0,6713	- 1,58
1,4199	2,0005	1,3943	- 1,80

*) Das zur Herstellung der wässerigen Glycerinlösungen von bestimmtem Gehalt verwendete wasserfreie Glycerin war aus krystallisiertem Glycerin bereitet.