

# Zeitschrift für angewandte Chemie.

1893. Heft 5.

## Metallener Destillationskühler.

Von

Prof. Ed. Donath.

Die Extraction mit flüchtigen Lösungsmitteln ist eine der immer häufiger werdenden Operationen der quantitativen technischen Analyse; Beweis dafür die fortwährend sich noch vermehrende Anzahl der hierfür ver-

Kühler durch andere, bequemer zu handhabende Metallkübler herausgestellt hat. Die Anwendung des ebenfalls von Soxhlet vorgeschlagenen metallenen Destillationsküblers wird aber Jeder sofort aufgeben, der nur einen Versuch mit demselben gemacht hat, denn der Dampf des abzudestillirenden Extraktionsmittels steigt nur zum kleinen Theile zu dem in das Kühlrohr eingeschalteten Kugelkübler hinauf und strömt grösstenteils

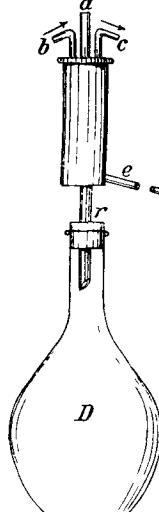


Fig. 64.

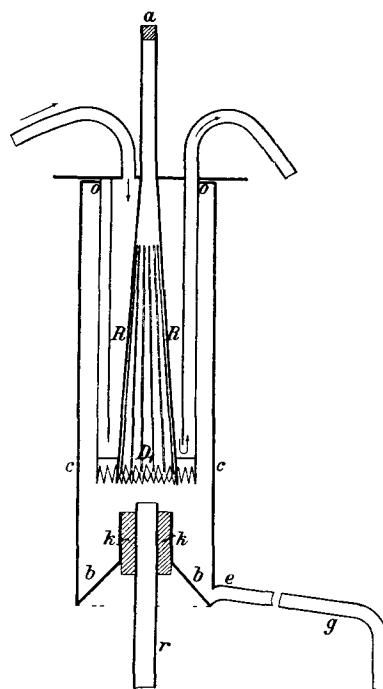


Fig. 65.

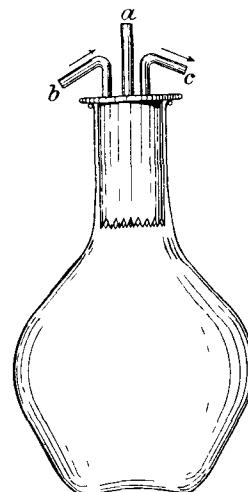


Fig. 66.

wendeten Extractionsapparate. Als Rückflusskübler besitzen die gläsernen Liebig'schen Kübler wohl manche Nachtheile, und es hat sich deshalb der von Soxhlet construirte, sehr zweckmässige metallene Rückflusskübler mit Recht immer mehr eingebürgert. Ich habe vor Kurzem ebenfalls einen metallenen Rückflusskübler beschrieben (d. Z. 1892, 355), der gegenüber dem von Soxhlet abermals einige Vortheile besitzen dürfte. Mit der häufiger werdenden Extraction ist aber auch das Abdestilliren der verwendeten Lösungsmittel und demnach der Gebrauch der Destillationskübler häufiger geworden, wodurch sich auch das Bedürfniss nach Ersatz der bisherigen gläsernen

in geradem Wege durch dieses nach abwärts gehende Kühlrohr zuletzt uncondensirt hinaus. Ich habe deshalb mit Benutzung des von mir früher angegebenen Rückflussküblers einen Destillationskübler construit, dessen Einrichtung aus beistehender Abbildung leicht ersichtlich ist. Die aus dem Destillirkolben *D* Fig. 64 aufsteigenden Dämpfe steigen durch das Rohr *r* Fig. 65 in den Cylinder *c* auf, werden durch den durch die Öffnung *o* eingesetzten Rückflusskübler *R* condensirt<sup>1)</sup>, wobei die entstandene Flüssigkeit über die offenen, unten gezackten Blechhülsen hin-

<sup>1)</sup> Beim Gebrauche des Rückflussküblers im vorliegenden Falle wird das Röhrchen *a* desselben durch einen kleinen Korkstopfen geschlossen.

untertropft und nach der Ansammlung unten im Rohr durch das anfangs etwas aufwärts gebogene Röhrchen *e* abfliesst; an dieses kann eventuell mittels eines kleinen Kautschukschlauchstückes das beliebig lange, abwärts gebogene Glasrohr *g* angesetzt werden, durch welches das Destillat in die Vorlage abfliesst. *K* ist ein Korkstöpsel, durch welchen das Metallrohr *r* hindurchgesteckt wird; der Durchmesser muss etwas kleiner sein als der untere Durchmesser des Dephlegmationsconus *D*, damit die von demselben herunterrinnenden Tropfen nicht auf den Korkstöpsel auffallen. Dadurch, dass das Rohr *r*, durch welches die Dämpfe aufsteigen, von dem schlechten Wärmeleiter Kork umgeben ist, kann es durch die condensirte und in *b* sich sammelnde Flüssigkeit nicht abgekühl werden, wodurch schon in dem obersten Theile des Rohres *r* eine theilweise Condensation der Dämpfe und Rückfluss stattfinden würde. Ich habe diesen Destillationskühler anfangs nur construirt, um ihn eben mit meinem Rückflusskühler zu combiniren, verwende ihn jetzt aber auch zum Abdestilliren gröserer Mengen flüchtiger Flüssigkeiten, namentlich Alkoholrückständen mit Vortheil. Der schon beschriebene, metallene Rückflusskühler, nach dessen Princip auch von Dr. K. Farnsteiner (Chemzg. 1892, 1030) ein gläserner Rückflusskühler construirt wurde, eignet sich ganz besonders, wenn man Substanzen längere Zeit mit flüchtigen Flüssigkeiten auszukochen hat; man braucht den Rückflusskühler, von dem man zwei oder drei Grössen vorräthig hat, blos in den betreffenden Kochkolben einzuhängen, wie Fig. 66 zeigt, und benötigt keinen Stöpsel und kein Stativ.

Rückfluss- und Destillationskühler, vorläufig aus Messingblech, sind bei dem hiesigen Mechaniker Herrn Paul Böhme, Antonsgasse, stets vorräthig zu haben.

Brünn, chemisch-technol. Laboratorium der k. k. technischen Hochschule.

### Schüttelapparat für Flüssigkeiten in feineren Glasgefässen, insbesondere zur Fuselbestimmung des Alkohols.

Mittheilung von

L. Gebek und A. Stutzer.

Im Jahrgang 1888 d. Z. S. 698 machte der eine von uns auf einen von Julius Schäfer, Bonn, hergestellten Schüttelapparat zur Bestimmung des Feinmehrs in Thomas-schlacken und zum Absieben von Sämereien

aufmerksam. Kurz darauf (Z. 1889, 641) brachte derselbe Verfertiger an obigem Apparate eine bedeutende Verbesserung an, wodurch er auch zum Ausschütteln von Flüssigkeiten allerlei Art verwandt werden konnte. Der so verbesserte Apparat hat seitdem in die Laboratorien der landwirthschaftlichen Versuchsstationen, Düngerfabriken, Thomas-stahlwerke, in Molkereien und physiologische Laboratorien Eingang gefunden.

Möglich war es jedoch nicht, diesen Apparat zum Schütteln von Flüssigkeiten in feineren und zerbrechlichen Glasgefässen zu gebrauchen. Hierzu war eine besondere Construction erforderlich, durch welche ein sehr ruhiger Gang der Maschine ermöglicht wird. Einen derartigen Apparat, speciell zur Bestimmung des Fusels im Alkohol nach der Methode Röse-Stutzer, hat gleichfalls Julius Schäfer, Bonn, hergestellt.

Auf einem hölzernen Gestell *G* (Fig. 67), das auf einem Tische bequem aufgestellt werden kann, ruht auf 4 Stahlfedern *s* eine hölzerne Platte *A*. Unter der Platte ist eine Schiebestange *S* befestigt, welche auf einem Excenter läuft und die Platte *A* in horizontale Bewegung versetzt. Auf der einen Seite befindet sich das Schwungrad *R*, auf der entgegengesetzten eine Kurbel *K* für den Handbetrieb. An Stelle des Handbetriebes kann auch ein von demselben Verfertiger construirter Wassermotor treten, welcher dann direct mit dem kleinen Rade *r* verbunden wird und so die Bewegung hervorruft. Die Kurbel *K* ist so angebracht, dass sie zu jeder Zeit bequem entfernt werden kann.

Auf der Platte *A* liegt in der Mitte befestigt eine konische Holzleiste *L* mit 12 Bohrungen, in welche die Gummi- oder Korkstopfen der Glasgefässe hineinpassen. Die Anzahl der Bohrungen richtet sich sowohl nach der Breite des Apparates wie der betreffenden Gefässe. Gegenüber der konischen Holzleiste zu beiden Seiten sind verstellbare Stützen *T* angebracht, die je nach Bedürfniss nach vorn oder hinten geschoben werden können. Auf den Stützen ruhen 2 mit Flanell oder irgend einem anderen weichen Stoff überzogene hölzerne Lager *B*, in denen entsprechend den Bohrungen der konischen Holzleiste je 6 Nuten zur Aufnahme des graduirten Theiles der Glasgefässe vorhanden sind. Auf die Lager kommen Holzschielen zu liegen, welche je 6 mit den Nuten communicirende und mit Kork ausgelegte Kerbeinschnitte enthalten und durch Charniere und Klavierhaken an den Stützen *T* befestigt sind.

Die Glasgefässe können in Folge dessen aus ihrer Lage nicht herausspringen und