

Neuerungen am Soxhlet'schen Extraktionsapparat.

Von OSKAR HAGEN, Dresden.

(Eingeg. 23./8. 1921.)

Wenn man, wie nachstehende Abbildung zeigt, den Mittelkörper des gewöhnlichen Soxhlet so umgestaltet, daß das aus dem Kühler abtropfende Kondensat sich im Extraktionszylinder nicht ansammeln kann, sondern nach Berieselung der Substanz sofort in das Kölbchen abfließt, vollzieht sich die Extraktion in bedeutend kürzerer Zeit als bei dem periodischen Absaugen mittels Heber- oder Siphonröhren, wie es jetzt noch üblich ist, da das Extraktionsgut beständig mit reinem, frischem Lösungsmittel in Berührung kommt. Wird außerdem das Ablaufrohr des Extraktionszylinders zu einer Schleife gebogen und in diese ein Hahn mit rechtwinkliger Bohrung und seitlichem Ablaufschraubel eingesetzt, so können an demselben, ohne Unterbrechung der Analyse, durch Drehen des Hahnes um 180° Proben entnommen werden, welche darüber Aufschluß geben, ob die Extraktion beendet ist oder nicht.



Im folgenden seien einige Ergebnisse angeführt, welche mit dem neuen Apparat¹⁾ erzielt wurden.

Den angestellten Versuchen lag die Absicht zugrunde, Vergleichswerte zu schaffen. Zu diesem Behufe wurden verschiedene Substanzen mit verschiedenen Lösungsmitteln zunächst im alten Soxhlet und anschließend hieran in dem neuen Apparat bis zur Gewichtskonstanz des unlöslichen Rückstandes extrahiert. Der Mittelkörper des benutzten Soxhlet-Apparates faßte bis zum Eintritt der Heberwirkung 100 ccm und die Menge des jeweils zur Verwendung gelangenden Lösungsmittels betrug 130 ccm (für den neuen Apparat genügen 60 ccm). Beim Arbeiten mit Äther fand die Erhitzung des Kölbchens auf dem Wasserbade statt, beim Arbeiten mit Methyl- und Äthylalkohol, um lebhaftes Sieden zu erreichen, auf dem Asbestdrahtnetz. Die Höhe der Heizflamme wurde so reguliert, daß der Heber bei Äther alle 5–6 Minuten, bei Methylalkohol alle 7–8 Minuten und bei Äthylalkohol alle 10 Minuten in Funktion trat. Damit die zu untersuchenden Substanzen von dem Lösungsmittel rasch durchdrungen werden, ist es erforderlich, sie möglichst fein zu zerkleinern und zu trocknen. Letzteres geschah

im Wasserbadtrockenschrank bei 98° C (Lacke im Exsikkator). Zur Extraktion gelangte je 1 g, von Korkpulver wegen des größeren Volumens nur 0,4 g. Die starkwandigen Hüllen von Schleicher & Schüll bewährten sich bei diesen Versuchen weniger gut. Ich benutze deshalb an ihrer Stelle zur Aufnahme der Substanz ein gewöhnliches rundes Filter von 11 cm Durchmesser und brachte es nach dem Trocknen und Wägen durch einfaches Herumbiegen um ein weites Probierglas in Hülseform. Nach Aufnahme der Probe wurde der obere leere Teil mehrfach zusammengefaltet, so daß ein kleines, allseitig geschlossenes Paket entstand. Diese Methode bietet noch den Vorteil, daß feine Teilchen der Substanz beim Auftropfen des Lösungsmittels nicht weggeschlämmt werden. Das Paket wurde in ein Filtergläschen mit gut eingeschliffenem leichten Glasstopfen und trichterförmig vertieftem Boden gebracht. Um dieses Filtergläschen unter Zuhilfenahme eines aus Draht gebogenen Hakens bequem und sicher in den Mittelkörper des Extraktionsapparates einsenken und herausheben zu können, hat es zweckmäßig in der Nähe des oberen Randes eine 2–3 mm weite Durchlochung. Bevor man am Schleifenhahn eine Filtratprobe (3–4 ccm) entnimmt, wird beim Arbeiten mit Äther die Heizflamme abgedreht oder beiseite gestellt. Die Probe fängt man in einem Bechergläschen auf und dampft sie in einem größerem Uhrglas über der elektrischen Kohlefadenlampe zur Trockene, alkoholische Auszüge auf dem Wasserbad. Wenn man eine Substanz öfters zu untersuchen hat und die Zeit, welche sie zur erschöpfenden Extraktion braucht, bereits annähernd kennt, genügt in der Regel eine einmalige Probenahme am Schlusse der Untersuchung. Ist man dagegen im ungewissen, so empfiehlt es sich, alle 10–15 Minuten Probe zu nehmen und abzudampfen. Aus der größeren oder geringeren Abnahme des Verdampfungsrückstandes zweier aufeinanderfolgender Proben läßt sich dann schon ein Schluß auf die erforderliche Extraktionszeit ziehen. War die Abnahme nur eine geringe, so genügt eine Wiederholung der Prüfung in Zeitintervallen von einer halben Stunde. Auf einen Umstand sei bei dieser Gelegenheit verwiesen, der leicht zu Täuschungen Anlaß geben kann. Es hat sich herausgestellt, daß beim Arbeiten mit einem Apparat, dessen Kühler und Mittelkörper durch Kork verbunden sind, selbst nach stundenlangem Fortsetzung des Versuches keine rückstandsfreien Filtratproben zu erhalten sind, trotz längst erreichter Gewichtskonstanz des Filterinhaltes. Die im Filtrat gelösten Stoffe stammen aus

dem Kork. Auch der beste ungebrauchte Kork gibt an Äther über 10% ab. Um den Nachweis hierfür zu erbringen, wurde 0,5 g feingeraspelter, neuer, bei 98° C getrockneter Kork mit Äther in der Siedehitze erschöpfend ausgezogen, der Äther abdestilliert und der Rückstand im Wasserbadtrockenschrank bei 98° C bis zur Gewichtskonstanz erhitzt. Bei dieser Temperatur verflüchtigte sich ein Teil des Rückstandes unter Nebelbildung. Der nicht flüchtige Rest, bestehend aus einer wachsartigen Masse, vermischt mit feinen Kristallnadeln (Korksäure?) betrug 0,024 g = 4,8% vom Gewicht des angewandten Korkes. Man sieht hieraus, daß es unbedingt erforderlich ist, einen Apparat mit aufgeschliffenem Kühler und angeschliffenem Kölbchen zu benutzen, wenn es sich um genaue Analysen handelt und namentlich dann, wenn nicht der in Äther unlösliche Rückstand, sondern der extrahierte Stoff selbst gewogen werden soll.

Bei den nachstehend angeführten Versuchen war nicht beabsichtigt, direkt den Gehalt der betreffenden Substanzen an Fett, Lack oder Seife zu bestimmen, der Zweck war vielmehr, zu ermitteln, in welcher kürzesten Zeit sich diese Stoffe mit dem geeigneten Lösungsmittel ausziehen lassen, und zwar im alten Soxhlet und im neuen Apparat. Ersterer sei der Kürze halber mit S, letzterer mit H bezeichnet. Die erhaltenen Extrakte wurden deswegen nicht weiter behandelt, sondern nur das Filter mit dem Unlöslichen bei 98° C getrocknet, gewogen und der Rückstand prozentual berechnet. Diese Prozedur wiederholte sich so oft, bis keine Gewichtsabnahme mehr eintrat.

Versuchsergebnisse:

- Kakaopulver. Extraktionsmittel: Äther 0,720.**

S. Rückstand nach 60 Minuten	77,0%	Extraktionsdauer 120 Minuten
" " 120 "	71,6%	
" " 180 "	71,6%	
H. " 30 "	71,0%	Extraktionsdauer 30 Minuten
" " 60 "	70,8%	
- Geraspelter Medizinkork. Extraktionsmittel: Äther 0,720.**

S. Rückstand nach 10 Minuten	92,3%	Extraktionsdauer 40 Minuten
" " 20 "	90,8%	
" " 30 "	90,0%	
" " 40 "	89,5%	
H. " 10 "	89,5%	Extraktionsdauer 10 Minuten
" " 20 "	89,3%	
- Kaffee, ungebrannt, gemahlen. Extraktionsmittel: Äther 0,720.**

S. Rückstand nach 15 Minuten	91,7%	Extraktionsdauer 30 Minuten
" " 30 "	90,3%	
" " 60 "	90,3%	
H. " 10 "	91,3%	Extraktionsdauer 20 Minuten
" " 20 "	90,4%	
- Kaffee, gebrannt, gemahlen. Extraktionsmittel: Äther 0,720.**

S. Rückstand nach 15 Minuten	86,9%	Extraktionsdauer 30 Minuten
" " 30 "	85,5%	
H. " 6 "	86,2%	Extraktionsdauer 11 Minuten
" " 11 "	85,5%	
- Schellack, orange I. In der Porzellanschale zu grobkörnigem Pulver zerrieben. Extraktionsmittel: 98%iger Methylalkohol (Siedepunkt 65–66° C).**

S. Rückstand nach 105 Minuten	3,6%	Extraktionsdauer 135 Minuten
" " 135 "	1,0%	
H. " 75 "	3,2%	Extraktionsdauer 90 Minuten
" " 90 "	0,9%	
- Kolophonium, mehlfein. Extraktionsmittel: 94%iger Äthylalkohol.**

S. Rückstand nach 30 Minuten	0,0%	Extraktionsdauer 30 Minuten
H. " 10 "	0,0%	Extraktionsdauer 10 Minuten
- Tonseife (K. A. Seife). Fein geraspelt und mit dem doppelten Gewicht ausgeglühten Sandes innig gemischt. Extraktionsmittel: 94%iger Äthylalkohol.**

S. Rückstand nach 30 Minuten	84,3%	Extraktionsdauer 60 Minuten
" " 45 "	80,8%	
" " 60 "	80,2%	
H. " 15 "	88,2%	Extraktionsdauer 30 Minuten
" " 30 "	80,1%	

¹⁾ Das alleinige Recht zur Herstellung und zum Vertriebe des Apparates (D. R. G. M. 789703) wurde der Firma E. Dittmar & Vierth, Hamburg 15, Spaldingstr. 160, übertragen.

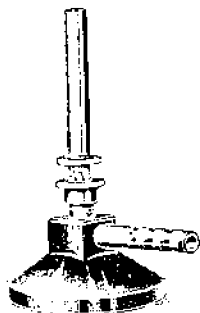
Tabellarisch zusammengefaßt zeigen die Endresultate folgendes Bild:

Versuch Nr.	Substanz	Angewandte Menge in Gramm	Extraktionsmittel			Gefundener Rück- stand in Proz.		Extraktionsdauer in Minuten		Erzielte Zeit- ersparnis in	
			Name	Menge in cc							
				S.	H.	S.	H.	S.	H.	Minuten	Proz.
1.	Kakaopulver	1,0	Äther	180	60	71,6	71,0	120	30	90	75
2.	Kork	0,4	"	180	60	89,5	89,8	40	10	30	75
3.	Kaffee, ungebrannt	1,0	"	180	60	90,8	90,4	30	20	10	33,8
4.	" gebrannt	1,0	"	180	60	85,5	85,5	30	11	19	63,8
5.	Schellack, orange I	1,0	Methylalkohol	180	60	1,0	0,9	135	90	45	33,8
6.	Kolophonium	1,0	Äthylalkohol	180	60	0,0	0,0	30	10	20	66,6
7.	Tonseife	1,0	"	180	60	80,2	80,1	60	30	30	50

Schon aus diesen wenigen Beispielen geht die Überlegenheit des neuen Apparates dem alten Soxhlet gegenüber klar hervor. Wie die Tabelle veranschaulicht, war es möglich, die Extraktionsdauer in zwei Fällen auf den vierten Teil der Zeit herabzusetzen, und auch in den ungünstigsten Fällen nahm die Ausführung der Analyse nur zwei Drittel der Zeit in Anspruch, welche im Soxhlet bei größtmöglicher Beschleunigung des Prozesses erforderlich ist. Dieses Ergebnis wird zweifellos der neuen Konstruktion viele Freunde zuführen und die alte Gepflogenheit des stundenlangen unkontrollierten Extrahierens in das Reich der Vergangenheit verweisen. [A. 200.]

Aus der Technik. Neuer Bunsenbrenner.

Bei den meisten Laboratoriumsgasbrennern nach Bunsen usw. macht man die unangenehme Erfahrung, daß sie bei den Druckschwankungen, wie sie besonders unter den heutigen Verhältnissen sehr häufig in den städtischen Gasleitungen auftreten, nicht gut funktionieren und durchschlagen. Um diesen Druckschwankungen in der Gasleitung zu begegnen, ist es erforderlich, daß die Luftregulierung eine sehr feine ist.



Nun wird die günstigste Wirkung der Ansaugung von Luft durch den aus der Düse austretenden Gasstrahl nur bei einem bestimmten Verhältnis des Querschnittes des Brennröhres, der lichten Weite der Düse und des Durchmessers der Öffnung für den Luftzutritt und weiter nur bei einer bestimmten Stellung der Düse im Verhältnis zu den Öffnungen für den Luftzutritt erzielt. — Dieses Optimum kann unter Anwendung des Satzes von Bernoulli durch einige experimentelle Bestimmungen ermittelt werden. Der abgebildete Brenner ist das Ergebnis einer solchen Untersuchung und stellt einen in den weitesten Grenzen regulierbaren (schraubbare Hülse auf dem Brennerrohr über den Luftzuführungen) und bei fast allen praktisch vorkommenden Leuchtgasdrücken verwendbaren Brenner dar.

Der Brenner wird von der Firma Georg Bartels, Werkstätte für Präzisionsmechanik, Göttingen, hergestellt und von der Verkaufsvereinigung Göttinger Werkstätten G. m. b. H. Göttingen, Geiststr. 3, vertrieben.

„Ein neues Handelsgas.“

Die unter dieser Überschrift in Nr. 70 dieser Zeitschrift (S. 456) erschienenen Ausführungen enthalten im vierten Absatz teilweise Angaben, die vom gastechnischen Standpunkt aus unrichtig sind und daher nicht unwidersprochen bleiben dürfen.

Methan — es handelt sich vermutlich um das von der „Emscher-Genossenschaft“ aus Faulschlamm gewonnene Gas — hat zwar nahezu den doppelten Heizwert als ihn das heutige Leuchtgas meist besitzt, erfordert aber zu vollkommener Verbrennung mehr als die doppelte Luftmenge wie ersteres. Sein spezifisches Gewicht ist zwar höher, so daß in der Zeiteinheit bei gleichem Gasdruck aus derselben Düsenöffnung eine geringere Menge Gas ausströmt, aber immerhin mehr als die Hälfte. In den für normales Leuchtgas eingestellten und gebauten Brennern kann daher die für die vollkommene Verbrennung von Methan erforderliche erhöhte Luftmenge nicht zugeführt werden, infolgedessen tritt, besonders stark bei Hängeglühlicht, ein Verrußen der Glühkörper und ebenso der Kochtopfböden ein.

Für das Leuchten des Glühkörpers kommt überhaupt der Heizwert erst in zweiter Linie in Frage, maßgebend sind vor allem Flammenvolumen und Flammentemperatur. Beide sind bei Methan geringer als bei dem unter Leuchtgas zu verstehenden Gasgemisch, daher wird der normale Glühkörper von der Flamme nicht vollkommen ausgefüllt und leuchtet weniger stark. Zusatz von Wassergas zum Kohlengas erniedrigt z. B. den Heizwert, trotzdem leuchtet der Glühkörper, der mit diesem Mischgas erhitzt wird, mit stärkerem Glanze, da die Anreicherung des Gases an Wasserstoff eine Erhöhung der Verbrennungstemperatur verursacht.

Beim Gaskocher wird, abgesehen vom Verrußen der Töpfe, durch ungenügenden Luftzutritt die Nutzleistung wesentlich herabgesetzt, auch das geringere Flammenvolumen wirkt in diesem Sinne, da der

Topfboden unter Umständen nicht in hinreichender Ausdehnung von der Flamme bestrichen wird.

Bei bestimmten Bauarten von Laboratoriumsbrennern, die einen besonders hohen Luftzusatz ermöglichen, z. B. der Teclu- und der Mékerbrenner, ist eine Verwendung von Methan möglich, nötigenfalls unter Verengerung der Düsenöffnung, bei den gewöhnlichen Bunsenbrennern sind erhebliche Änderungen erforderlich.

Die vorstehenden Ausführungen sind durch jahrelange Erfahrungen bei der Verwendung von Erdgas aus der Neugeminner Quelle, das praktisch als reines Methan zu betrachten ist (über 95 Vol.-% CH₄), voll bestätigt worden.

Dr. H. Wolfram-Hamburg.

Rundschau.

Utrecht. Das van't Hoff-Laboratorium der Reichsuniversität teilt wegen der Zentralstelle für Sonderabzüge ausländischer wissenschaftlicher Abhandlungen (vgl. Angewandte Chemie 34, Seite 449) folgendes mit: Die Anfragen, die den Namen des Verfassers und genaue Angabe der betreffenden Literaturstelle enthalten müssen, werden an den betreffenden Verfasser weitergeleitet. Anträge allgemeiner Art, durch die die gesamten Abhandlungen eines Sondergebiets oder eines einzelnen Verfassers erbeten werden, können keine Berücksichtigung finden. Es wird ferner gebeten, der Zentralstelle Sonderabzüge nicht ohne Aufforderung zugehen zu lassen, da nicht die Absicht der Schaffung eines Vorrates für die Sendung besteht. R.

Personal- und Hochschulsnachrichten.

Infolge des Gesetzes über die Zwangsemeritierung der Hochschullehrer wird zum 1. Oktober an der Berliner Universität Geh. Rat Prof. Dr. E. Beckmann, Direktor des Kaiser-Wilhelm-Instituts für Chemie in Dahlem, von der Verpflichtung zu Vorlesungen entbunden.

Es wurden ernannt (berufen): Prof. Dr. H. von Euler-Chelpin an der Hochschule in Stockholm zur Wiederbesetzung der durch das Ausscheiden Prof. Dr. Lintners frei werdenden ordentlichen Professur für angewandte Chemie an die Technische Hochschule in München; Prof. B. Oddo, Extraordinarius der pharmazeutischen Chemie an der Universität Cagliari, in derselben Eigenschaft an die Universität Pavia; Dr.-Ing. L. von Putnoky, a. o. Professor und Vorsteher der anorganisch-chemischen Abteilung des chemischen Institutes der technischen Hochschule Budapest, zum o. Prof.; zum Rektor der Technischen Hochschule in Aachen für die Zeit vom 1. Oktober 1921 bis Ende Juni 1922 Geh. Bergrat A. Schwemann, o. Prof. der Bergwissenschaften.

Gestorben sind: R. Goldschmidt, Mitinhaber der Firmen S. E. Goldschmidt & Sohn, Breslau, Berlin, Wien, Zinkfarben-G. m. b. H., Berlin, Ges. für chem. Holzaufarbeitung m. b. H., Berlin, am 21. 9. in Berlin. — M. H. Isler, Direktor der Bad. Anilin- und Sodafabrik, am 28. 9. — J. Vogt, Entdecker der oberelsässischen Kalilager, 73jährig, vor kurzem in Niederbruck.

Aus anderen Vereinen und Versammlungen.

Die Hauptstelle für Wärmewirtschaft hat am 22. und 23. September in Dresden ihre Jahresversammlung abgehalten, die ein für die weitere Entwicklung der wärmewirtschaftlichen Organisation bedeutsames Ergebnis gehabt hat.

Der Geschäftsführer der Hauptstelle, Herr Professor Eberle, hielt einen Vortrag über „Die Selbstverwaltung in der industriellen Wärmewirtschaft“, der in der Forderung gipfelte: „Überlassen wir der Industrie und deren Wärmestellen die Förderung ihrer Wärmewirtschaft; sie haben den richtigen Weg beschrritten und werden im Bewußtsein der Verantwortung auch zum Ziel gelangen“. Die aus den Spitzen sämtlicher mit der Brennstoffbewirtschaftung betrauten Behörden des Reiches und der Länder, den Vertretern sämtlicher von der Industrie gegründeten Wärmestellen und zahlreichen sonstigen Fachleuten bestehende Versammlung schloß sich dieser Forderung einstimmig an.

Aus dieser Tatsache kann geschlossen werden, daß auch die Reichs- und Landesbehörden sich von der Zweckmäßigkeit des baldigen vollständigen Abbaues der amtlichen Wärmewirtschaftstätigkeit überzeugt haben.

Anschließend wurden an Hand der Berichte anerkannter Fachleute einige wichtige technische Fragen aus dem Arbeitsgebiete der Hauptstelle behandelt.