

geschriebene Liegenlassen der mit dem geschmolzenen Fett beschickten Capillare auf Eis während zwei Stunden oder bei 10° während 24 Stunden nicht genügt zur vollkommenen Wiedererstarrung des Fettes und zur Erlangung des richtigen Schmelzpunktes, sondern daß das Fett vier Tage bei 10° sich selbst überlassen werden müsse; nach J. Herzog<sup>4)</sup> ist das Fett auch in vier Tagen noch keineswegs immer erstarrt, nach Welmans<sup>5)</sup> kann das acht Tage, nach H. Fincke sogar mehrere Wochen dauern. Bei ungenügendem Wiedererstarren des Fettes findet man einen zu niedrigen Schmelzpunkt; das war scheinbar die Ursache der vom Arzneibuch für die untere Grenze des Schmelzpunktes gemachten Angabe; darnach soll der Schmelzpunkt 30–34° betragen, während H. Fincke bei seinen zahlreichen Untersuchungen stets einen Schmelzpunkt zwischen 32–34° fand. Dabei ist nicht zu übersehen, daß er mit der unten offenen Capillare arbeitete, mit welcher nach J. Herzog<sup>6)</sup> um 0,5–1,0° niedrigere Schmelzpunkte gefunden werden, als beim Arbeiten mit dem vom Arzneibuch vorgeschriebenen unten geschlossenen Röhren.

Gerade in den pharmazeutischen Laboratorien ist ein so langes Erstarren des geschmolzenen Kakaofettes, wie es zur richtigen Ermittlung des Schmelzpunktes nötig wäre, recht schlecht durchführbar; so mußte man auch hier zu der Methode von Welmans übergehen. Dies tat J. Herzog<sup>7)</sup>, der 1917 die Bestimmung des Schmelzpunktes mit ungeschmolzenem Fett empfahl und für eine Anzahl pharmazeutisch angewandter Fette die Brauchbarkeit dieses Verfahrens nachwies. Auch König<sup>8)</sup> schreibt: „Es empfiehlt sich, bei der Untersuchung von Kakaobutter in Blöcken das Fett in fester Form mit der Capillare auszusteichen. Extrahiertes Fett saugt man in eine beiderseits offene Capillare und läßt es dann mindestens acht Tage lang im dunklen Eisschranke erstarren.“

Die Angaben dieser Autoren fand ich bei eigenen Beobachtungen in jeder Weise bestätigt. Finckes Vorschlag erfährt nicht nur vom Verfasser, sondern auch von verschiedenen anderen mit der Untersuchung von Arzneimitteln sich befassenden Persönlichkeiten volle Zustimmung. Auf diese erfreuliche Einigkeit zwischen der Ansicht des Lieferanten des Kakaofettes und des pharmazeutischen Abnehmers hinzuweisen, war der Zweck dieser Bemerkung. Es ist wohl anzunehmen, daß bei der Neubearbeitung des Arzneibuches die Methode von Welmans, Herzog und Fincke Berücksichtigung findet.

[A. 105.]

## Neue Apparate.

### Extraktionsapparate mit Glasfilterplatten.

Vortrag gehalten vor der Fachgruppe für chemisches Apparatewesen auf der Hauptversammlung des Vereins deutscher Chemiker in Nürnberg am 2. 9. 1925.

von Paul H. Prausnitz.

Aus dem Laboratorium des Jenaer Glaswerks Schott u. Gen.

(Eingeg. 3./9. 1925.)

Vor zwei Jahren führte ich auf der Versammlung des Vereins deutscher Chemiker in Jena einen neuen Soxhlet-Apparat vor, bei dem statt der einzusetzenden Papierhülse eine

Filterplatte aus gesintertem Glase unmittelbar eingeschmolzen war. Auch wurden damals Glasröhren, die unten durch Verschmelzen mit einer Glasfilterplatte abgeschlossen waren, und die an Stelle der Papierhülsen in einen beliebigen Extraktionsapparat lose eingesetzt werden können, gezeigt<sup>1)</sup>.

Besonders die letzte Anordnung, der sogenannte „Einsatztiegel“, ist in beträchtlichem Umfange eingeführt worden.

Eine große Anzahl von Chemikern aus der Praxis und Wissenschaft hat das Jenaer Glaswerk Schott u. Genossen durch wertvolle Anregungen bei der Ausarbeitung dieses Arbeitsgebietes unterstützt, und ich möchte bei dieser Gelegenheit allen Herren, die dies getan haben, von der Firma aus und auch persönlich den herzlichsten Dank aussprechen. Eine Anzahl neuer Formen von Extraktionsgeräten sind wenigstens so weit durchkonstruiert, daß man sie hier vorführen kann, um die Fachgenossen zu bitten, sich mit der Erprobung der betreffenden Typen selbst zu befassen.

Allen diesen Apparaten sind zwei Vorzüge gemeinsam, die sich aus der ausschließlichen Verwendung von Glas ergeben: die Durchsichtigkeit und die Unangreifbarkeit durch chemische Reagenzien. — Der ganze Extraktionsvorgang kann mit dem Auge verfolgt werden, während dies natürlich unmöglich ist bei Papierhülsen oder bei Hülsen aus keramischem Material (Porzellan, Alundum). — Bei jeder sich bietenden Gelegenheit liegt es mir aber auch daran, auf den anderen Vorteil, den der chemischen Unangreifbarkeit, hinzuweisen. Das Prinzip der Extraktion nach Soxhlet ist nur deshalb bisher auf fett- und harzartige Körper u. dgl. beschränkt gewesen, weil der Anorganiker gewöhnt war anzunehmen, es gäbe für seine Zwecke keine entsprechend geeignete Apparatur. Die Einsatzhülsen aus Porzellan und Alundum scheinen sich jedenfalls nicht sonderlich eingebürgert zu haben. Aber der außerordentliche Vorteil einer wirklich zuverlässigen quantitativen Extraktion mit verdünnter Salzsäure, konzentrierter Salpetersäure, flüssiger schwelliger Säure in völlig durchsichtigen Laboratoriumsapparaten ist noch nicht genügend beachtet worden.

Ich möchte hierzu ein praktisches Beispiel aus eigener Erfahrung berichten. Seit vielen Jahren machen Schott u. Genossen den Stia-Elektrizitätszähler für Gleichstrom unter Verwendung von Kohle-Kathoden. Es handelt sich hierbei um einen elektrochemischen Zähler, in dem der Strom eine  $K_2HgJ_4$ -Lösung zersetzt, wobei das Quecksilber an der Kohle-Kathode ausgeschieden wird und in ein kalibriertes Meßrohr fällt. (Beiläufig mag erwähnt werden, daß diese Zähler auch seit einiger Zeit mit Diaphragmen aus gesintertem Glaspulver hergestellt werden.) Wenn nun die Kohle auch nur Spuren von Eisen enthält, so hat sich gezeigt, daß das Quecksilber sich nicht rein und sauber abscheidet. Äußerlich sieht man einer schlechten Kohle meist nichts an. Die Reinigung der Kohlen durch Kochen in Bechergläsern mit forensischer Salzsäure hinterließ stets eine schwankende Anzahl schlechter Kohlen, die erst im fertig zusammengebauten kostspieligen Zähler ihre Mängel aufwiesen. — Seit Erprobung des neuen Soxhlets mit Glasfilterplatte werden diese Kohlen alle in einem solchen Apparat extrahiert, und seitdem haben wir nicht einen einzigen schlechten Zähler zu beklagen gehabt, während ein- und derselbe Glasapparat ein Jahr und noch länger ohne Störung in täglichem Gebrauch ist.

Ich glaube deshalb die Anorganiker und Mineralogen ebenso sehr auf diese Geräte hinweisen zu dürfen, wie selbstverständlich die Organiker, Nahrungsmittelchemiker, Pharmazeuten und Pharmakologen.

Die einfachste Form des Extraktionsapparates ist stets der Einsatz- oder Einhängetiegel. Er läßt sich nun mit zwei grundsätzlich verschiedenen Typen von Extraktionsapparaten kombinieren, mit Apparaten für kontinuierlichen Durchfluß des Lösungsmittels und mit solchen, die irgendwie das Soxhlet'sche Heberprinzip aufweisen. Von vielen Stellen werden neuerdings, insbesondere wegen der Billigkeit der Herstellung und der Bruchsicherheit, die Anordnungen für kontinuierlichen Durchfluß bevorzugt. Gerade die Beobachtung des Extraktionsverlaufs in den durchsichtigen Glas-Extraktoren läßt mich aber aussprechen, daß diese nur bei kleinen Plattendurchmessern des porösen Trägers empfehlenswert sind. Handelt es sich wie so oft um ein schlecht benetzbares Extraktionsgut, so tropft ja

<sup>1)</sup> Z. ang. Ch. 37, 50 [1924].

<sup>4)</sup> Apotheker-Zt. 32, 190 [1917]; Ber. Pharmaz. Ges. 31, 377 [1921].

<sup>5)</sup> l. c.

<sup>6)</sup> Apotheker-Zt. 32, 190 [1917].

<sup>7)</sup> Apotheker-Zt. 32, 189 [1917].

<sup>8)</sup> König: Untersuchung von Nahrungs-, Genußmitteln und Gebrauchsgeg. Berlin, Bd. III, Teil 3 [1918], S. 275.

doch das Extraktionsmittel aus dem Kühler immer auf dieselbe Stelle; diese wird schnell und gut ausgelaugt, während die abliegenden Teile nur langsam extrahiert werden. Bei Filtern von 2 bis 3 cm Durchmesser ist die kontinuierliche Extraktion sicher angezeigt.

Hier haben sich bisher folgende Formen ergeben:

1. Nach Vorschlag von Prof. Houben kann ein glattes Rohr oben und unten mit Schliff versehen werden. Ein hoher Filtertiegel wird lose hineingestellt, und zwar genau dieselbe Art Einsatztiegel, wie er sich für den Soxhlet bewährt hat (Fig. 1).

2. Prof. Wislicenus läßt einen gewöhnlichen kleinen analytischen Tiegel in den oberen Teil eines Weithalskolbens einhängen, welcher letzterer mittels Schliff mit einem Kühler verbunden wird (Fig. 2).

3. Das Felten und Guilleaume Carlswerk verwendet den vom Materialprüfungsamt Lichterfelde empfohlenen amerikanischen Gummi-Extraktionsapparat

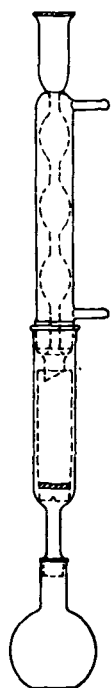


Fig. 1.

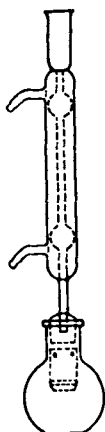


Fig. 2.

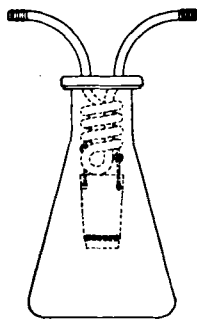


Fig. 3.



Fig. 4.

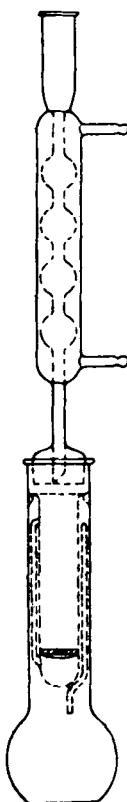


Fig. 5.

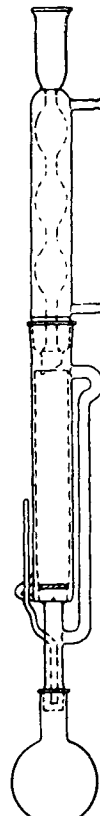


Fig. 6.



Fig. 6a.



Fig. 7.

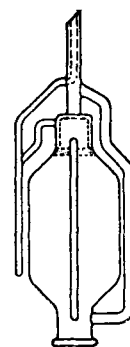


Fig. 8.

mit einem ebensolchen Glastiegel. Dieser Apparat besteht aus einem Weithals-Erlenmeyer, auf den der nach unten hängende Spiralkühler aus Glas oder Kupfer frei aufgesetzt wird, und der Tiegel wird unten an dem Kühler befestigt. Die Einfachheit und Billigkeit der Anordnung leuchtet ein, aber sie wird zweifellos erkauft durch einen größeren Verlust an Extraktionsmittel (Fig. 3).

4. Dr. Steche benützt für kleine Extraktionsgut-Mengen ein enges Rohr, in das eine Glasfilterplatte direkt eingeschmolzen wird, und das gleichzeitig ein seitliches Rohr angeschmolzen trägt, durch das der Dampf des Extraktionsmittels hochsteigt (Fig. 4).

Die drei erstgenannten Anordnungen haben alle den großen Vorteil gemeinsam, daß sie eine Extraktion unter Erhitzung im Dampf des Extraktionsmittels gewährleisten.

Geht man zu größeren Rohrdurchmessern über, so kann die heiße Extraktion in Verbindung mit dem Soxhlet-Prinzip Anwendung finden. Ein Einhängetiegel mit eingeschmolzener Platte und Überlaufheber wird an drei Nocken in einen hohen weiten Kolben eingehängt, welcher oben mit einem Kühler verschlossen ist. Diese elegante Konstruktion wurde von der Krakowska Gazownia Miejska angeregt (Fig. 5).

Kann man auf die Extraktion in der Hitze verzichten, so bieten sich die zwei Typen von Soxhlet-Apparaten an, die schon früher veröffentlicht wurden.

Die üblichen Soxhlets mit Einsatztiegeln aus Glas (Fig. 6a) können in jeder gewünschten Größe gemacht werden zwischen 2 und 6 cm Durchmesser des Tiegels. Sie ermöglichen die

Kontrolle des Extraktionsergebnisses, da Glastiegel und Extraktionsgut vor und nach der Extraktion gewogen werden können (Fig. 6).

Für viele Zwecke mag das Einschmelzen der Glasfilterplatte unmittelbar in das Extraktionsrohr gewisse Vorteile bieten (Fig. 7). Dies ist besonders dann der Fall, wenn große Mengen nicht zu feines Gut vorliegen, wie bei manchen pharmazeutischen Produkten. Der erste Vorschlag nach dieser Richtung hin, der sich vielfach bewährt hat, ist Dr. Dieterle zu verdanken. Mit solchen Soxhlets wird vielleicht der Perkulator vorteilhaft umgangen werden können (Fig. 8). — Die Zweckmäßigkeit der entsprechenden Anordnung mit 4 cm Rohrdurchmesser ist für mineralische Extraktionen im eigenen Werk, wie oben erwähnt, durch technische Dauerversuche erwiesen.

Ein Wort noch über die Porosität der Filterplatten bei Extraktionsapparaten. Die feinsten Filterplatten < 7 mit 5  $\mu$  Porendurchmesser sind ungeeignet, da bei Extraktionen kein Vakuum benutzt wird. Der geringe Flüssigkeitsdruck erlaubt stets die Verwertung relativ größerer Poren im Filter; für gröbere Teile nimmt man die Platte 2–3 mit 110  $\mu$  Porendurchmesser, für feines Gut (bis etwa zum Kakaopulver hinab) die Platte 5–7 mit 35  $\mu$  Porendurchmesser.

Zur Reinigung kann man unter dem Druck der Wasserleitung von rückwärts spülen; mit verdünnter heißer Sodaauslösung oder mit Chromschwefelsäure u. dgl. lassen sich die organischen Stoffe aus dem Glasfilter entfernen.

Ich hoffe, daß diese Vorführung zu einer weiteren Einbürgerung dieser vielseitigen neuen Formen von Laboratoriumsgeräten wird mithelfen können.

### Druckfehlerberichtigung.

Deutsche Kommission zur Schaffung einheitlicher Untersuchungsmethoden für die Fettindustrie (Fettanalysen-Kommission), s. Z. ang. Ch. 38, 958 [1925]:

Durch redaktionelles Versehen sind in dem Artikel auf Seite 958 bei der Nennung des Gremiums der Kommission die Namen der Herren Prof. Dr. Bauer, Stuttgart, und Dr. Davidsohn, Berlin, weggelassen worden; statt Prof. Dr. Frank, Berlin, muß es heißen Dr. Frank, Berlin.

Ferner muß es auf Seite 962, Abschnitt c) in der fünften Zeile richtig heißen: Glasstab statt Glasstaub.