

bleibt, um sich ihr erst allmählich zu nähern, ohne sie jedoch völlig zu erreichen; bei ungefähr 575° tritt eine endotherme und bei ungefähr 950° eine exotherme Reaktion auf, welche durch die chemischen Vorgänge innerhalb der Substanz bedingt sind.

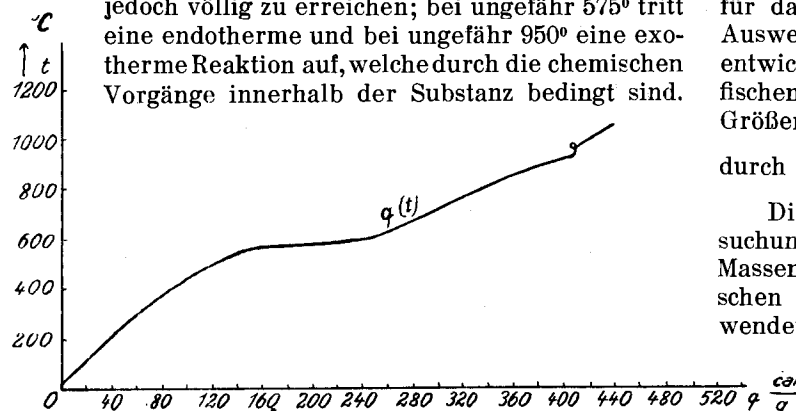


Abb. 4.

In Abb. 4 ist die Temperatur-Wärme-(q-t)-Kurve für das gleiche Material wiedergegeben, welche durch Auswertung mit Hilfe der Ofencharakteristik aus Abb. 3 entwickelt ist. Aus der Abb. 4 ergeben sich die spezifischen Wärmen durch Tangentenkonstruktion sowie die Größen der endothermen und exothermen Reaktionen durch direkte Ausmessung (zu 91,8 bzw. 16,4 $\frac{\text{cal}}{\text{g}}$).

Die hier wiedergegebene Methode wurde zur Untersuchung einer Reihe von Silikaten und keramischen Massen der Praxis, sowie von Rohstoffen der keramischen Industrie bis zu Temperaturen von 1600° C. verwendet^{a)}; das gleiche Verfahren dürfte sich auch infolge der einfachen Versuchsanordnung zur thermischen Untersuchung vieler anderer Materialien eignen.

^{a)} W. M. C o h n, l. c.; Ber. Dtsch. keram. Ges. 4, 55 [1923].

Apparat zur selbsttätigen Aufzeichnung der Extraktionsanzahlen bei der quantitativen Bestimmung von Fetten und sonstigen Substanzen mit dem Soxhlet-Extraktionsapparat.

Von G. RANKOW.

Mitteilung aus dem Technologischen Institut der Universität Sofia.

Für die quantitative Bestimmung des Ölgehaltes in Samen, Preßkuchen u. a. sowie für die Bestimmung anderer Substanzen durch Extraktion sind zahlreiche Extraktionsapparate¹⁾ vorgeschlagen worden, von allen

diesen hat sich der von Soxhlet am besten bewährt. Beim Arbeiten mit dem Soxhlet-Apparat unter den üblichen Bedingungen ist es aber immer zweifelhaft, ob die Extraktion beendet ist; deswegen extrahiert man gewöhnlich länger als nötig, und verliert so Zeit und Lösungsmittel.

Man nimmt gewöhnlich an, daß die Extraktion nach 4- bis 6stündigem Extrahieren beendet ist, wenn man den Gang der Extraktion so reguliert, daß je Stunde 20-30 Füllungen und Entleerungen stattfinden. Da aber das

quantitative Extrahieren von der Ölmenge, sowie von dem Extraktionsvermögen des Lösungsmittels abhängt, so empfiehlt es sich gewöhnlich, nachher den Kolben mit dem Öl herauszunehmen und durch einen neuen, gewogenen, zu ersetzen, und die Extraktion zu verlängern. Nach weiterem einstündigen Extrahieren wird dieser Kolben weggenommen, das Lösungsmittel vertrieben und eine etwaige weitere Gewichtszunahme festgestellt.

Lewkowitsch²⁾ hat den Siphon des Soxhlet-Apparates mit einem Glashahn verbunden, der von Zeit zu Zeit Proben von dem Lösungsmittel zu nehmen und auf Öl zu prüfen gestattet. So modifiziert scheint der Apparat praktischer als der eigentliche Soxhlet-Apparat; aber er hat sich in der analytischen Praxis nicht bewähren können, einerseits wohl, weil er sehr leicht zerbrechlich ist, dann aber auch, weil das Lösungsmittel, welches das Hahnröhrchen füllt, nicht bei jeder Entleerung des Apparates ausgeleert werden kann. Wenn es sich bei einem Versuch herausgestellt hat, daß die Extraktion noch nicht beendet ist, kann man wohl das entnommene Öl zurückgeben, aber das Röhrchen unter dem Hahn ist nun von dem Öle verschmutzt und beim Abziehen einer zweiten Probe wird diese, auch wenn im Lösungsmittel kein Öl enthalten ist, bei ihrem Durchfluß durch das Röhrchen dies auswaschen und man erhält wieder eine Probe, die vortäuscht, daß die Extraktion noch nicht beendet ist.

Während der Extraktion verliert man auch an Lösungsmittel, infolgedessen kann nach einiger Zeit der Rest des Lösungsmittels den Apparat nicht mehr über das obere Ende des Siphons ausfüllen, und die Extraktion hört auf. Wohl wird die Extraktion leicht wieder durch Auffüllen von neuen Mengen von Lösungsmittel in Gang gebracht. Da aber die Extraktion 4-6 Stunden dauert, manchmal auch länger, so kommt es vor, daß der Arbeitende übersieht, wann die Extraktion infolge Verlust an Lösungsmittel aufgehört hat; er kann deshalb nicht wissen, wie lange sie unterbrochen war und wie lange sie noch verlängert werden muß.

Das Extrahieren verläuft häufig auch nicht immer mit der gleichen Geschwindigkeit, deswegen scheint es

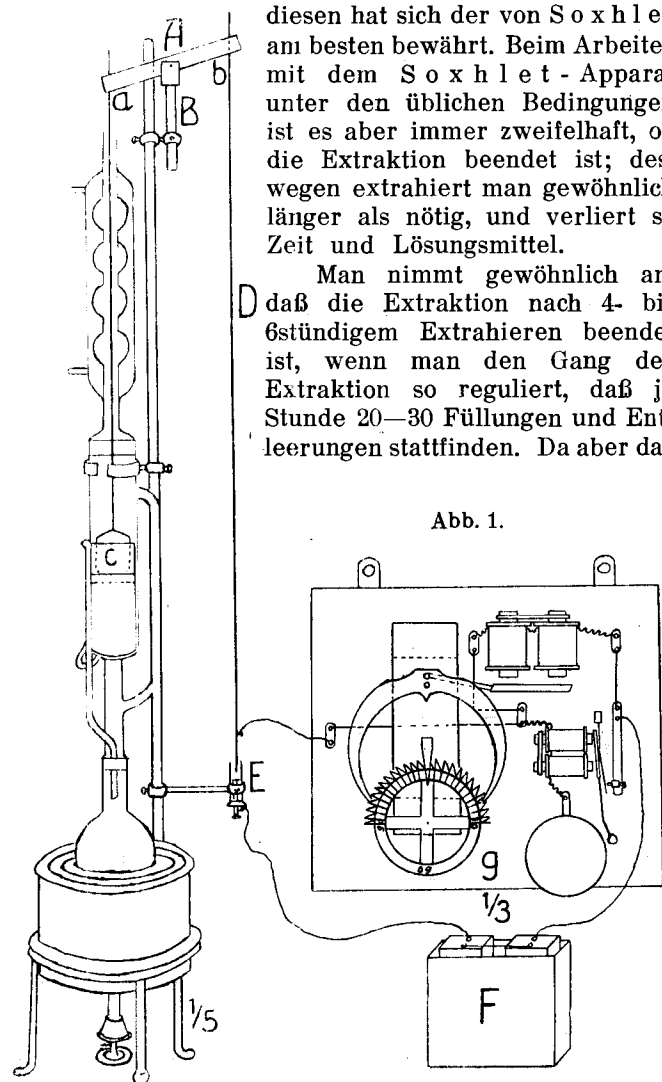


Abb. 1.

¹⁾ Siehe die Kataloge für Laboratoriumsgeräte.

²⁾ Journ. chem. Ind. 60 [1895].

mir, die Dauer der Extraktion kann deswegen wohl nicht als Norm bei der quantitativen Bestimmung von Ölen und anderen Substanzen gelten.

Wegen der leichten Entzündbarkeit des Äthers ist überdies ein Arbeiten von Extraktionsapparaten ohne Aufsicht in besonderen Räumen erwünscht.

Zur Beseitigung der obengenannten Nachteile wurde eine Vorrichtung gebaut, welche jede Entleerung des Apparates aufzeichnet, so daß man aus der Entleerungsanzahl auf das Ende der Extraktion schließen kann...

Abb. 1 zeigt den Apparat: A ist ein Balken einer empfindlichen Waage. B ist ein Lager, in dem der Balken schwingen kann, und das mit Hilfe von Klammer am Stativ des eigentlichen Soxhlet-Apparates befestigt ist.

C ist ein Metall- oder Glasstäbchen, welches am oberen Ende beweglich am Ende a des Balkens A aufgehängt ist; am unteren Ende trägt es ein hohles Metall- bzw. Glaszylinderchen c, dessen oberes und unteres Ende sphäroidal abgerundet ist.

D ist Metallstab, der am Ende b des Balkens A hängt, und dessen unteres Ende mit einem Pol einer Batterie F verbunden wird.

E ist eine Kontaktvorrichtung, die mit G, einer elektrischen Glocke und einem Apparat zum Aufschreiben oder Aufzeichnen jeden Kontakts zwischen D und E verbunden ist.

Die Anwendung des Apparates geschieht folgendermaßen: Nachdem die Extraktionshülse mit der zu untersuchenden Substanz in den Extraktionsapparat gestellt wird, schiebt man den Metallstab C (Abb. 2) durch den Kühler, das obere Ende wird auf den Balken A gehängt und die Kugel wird auf die Watte in der Extraktionshülse gestellt, wonach die Kühlung angestellt wird. Das Holzzylinderchen C muß leicht über der Watte in der Extraktionshülse liegen, ohne die Wände der Hülse zu berühren. Der Stab, der das Zylinderchen unterstützt, darf die Wände des inneren Kühlrohres nicht berühren. Dann wird der Apparat mit Hilfe von Gewichten ins Gleichgewicht

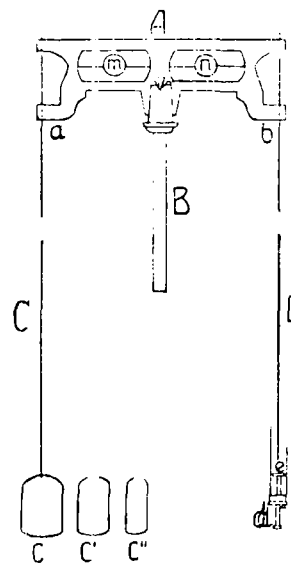


Abb. 2.

gestellt, daß man das Holzzylinderchen über der Watte mittels 2–3 g am Ende b des Balkens gerade heben kann.

Nun gießt man durch den Kühler vorsichtig das Lösungsmittel hinzu und beobachtet, ob beim Auffüllen des Extraktors sich das Zylinderchen hebt und ob es bei der Entleerung des Apparates wieder in den ursprünglichen Zustand zurückkehrt. Nun wird erhitzt und die Extraktion durchgeführt. Jeder Kontakt wird durch Schellen einer elektrischen Glocke und durch den Schreibapparat angezeigt. Die Anzahl der aufgezeichneten Kontakte gibt die Zahl der Extraktionen, und aus diesen kann man nach mehreren Versuchen mit der gegebenen Substanz auch auf das Ende der Extraktion schließen.

	g	Zeit d. Extr.	Zahl d. Extr.	% Fett-Öl
Sonnenblumen-Samen	15	5 Std. 40 Min.	110	33,36
	20	6 Std. 10 Min.	110	33,22
	20	6 Std. 30 Min.	120	33,40
Wassermelonen-Samen	15	4 Std. 20 Min.	85	21,72
	20	5 Std.	90	21,83
	40	4 Std. 40 Min.	90	21,64

In der Zahlentafel sind die Resultate von Versuchen an Sonnenblumenöl und Melonenöl angegeben.

Die Angaben zeigen, daß für das vollständige Extrahieren des Öles von Sonnenblumensamen 110–120 Extraktionen, und für das von Melonensamen 80–90 Extraktionen notwendig sind, während das Öl aus Sonnenblumensamen nach 6–6½ Stunden vollständig extrahiert ist, geschieht das bei Melonensamen etwa in 4½ Stunden.

Bei dem serienweisen Arbeiten mit Extraktionsapparaten wird jeder mit einem derartigen Apparat mit Zeigerapparat ausgerüstet.

Mit Hilfe des beschriebenen Apparates werden folgende Vorteile bei der Extraktion mit dem Soxhlet-Apparat erzielt:

1. Sicher und leicht ist das Ende der Extraktion zu erkennen; damit wird Zeit und Lösungsmittel erspart.
2. Der Gang der Extraktion braucht nicht kontrolliert zu werden, weil jede Extraktion mit dem Schreibapparat aufgezeichnet wird.
3. Da man auf das Ende der Extraktion nicht mehr unrichtigerweise nach der Dauer des Extrahierens schließt, sondern nach der Zahl der Extraktionen, so wird hierdurch die Extraktionsarbeit vereinheitlicht.
4. Durch Zufügen eines Metallstabes im Kühler erhält das Lösungsmittel eine größere Oberfläche, das verursacht eine bessere Kühlung des Lösungsmittels mit einem kleineren Verlust an demselben.

Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

I. Wärme- und Kraftwirtschaft.

2. Koks, Leucht- und Kraftgas, Teer, Nebenprodukte, Acetylen.

Dr. Richard Nübling, Stuttgart - Gaisburg, und Dr.-Ing. Robert Mezger, Stuttgart. Verfahren zur Herstellung von Starkgas im Kohlenwassergaserzeuger (A) unter Einführung von in der Kühlereinrichtung abgeschiedenem Schmelteeröl in den von den Heißblasegasen erhitzten, als Karburator dienenden Wärmespeicher (E), dad. gek., daß das gesamte dem Schwelschacht entströmende Rohgas dem Reiniger zugeführt und die Einführung der Zersetzungserzeugnisse der Karburieröle aus der Karburierkammer in den Gaserzeuger ohne Benutzung der dem Schwelschacht entströmenden Rohgase erfolgt. Man

erzeugt einerseits hochheizwertiges Wassergas mit nur geringen Anteilen an inerten Gasen und leitet andererseits den Prozeß so, daß in der Schmelretorte (B) tatsächlich nur Schmelgas und Tieftemperaturteer erzeugt wird. Dieses Schmelgas muß aber in seinem hohen Heizwert, der 8000 WE und mehr bei Steinkohle betragen kann, erhalten bleiben. Es ist deshalb falsch, dieses ganz oder teilweise wieder zu erhitzen und zu zerschlagen. Es muß vielmehr in seiner ganzen Menge durch Überführung nach Kühlern sogleich weitergekühlt und stufenweise zuerst von Dickteer und weiterhin von seinen leichteren Teeranteilen getrennt werden. Nur dieser letztere Teer wird durch Leitung O dem Karburator E durch Düse P zugeführt, in Ölgas und Hochtemperaturteer verwandelt