

379. C. Th. L. Hagemann: Ein neuer Extractionsapparat
für organisch-chemische Zwecke.

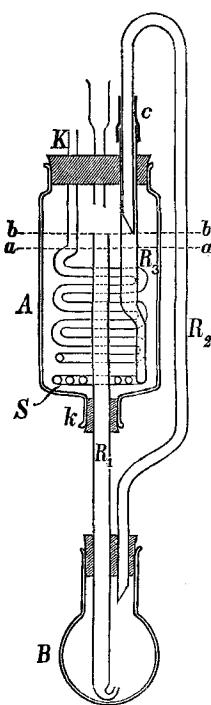
[Aus dem I. chemischen Laboratorium der Universität Leipzig]
(Eingegangen am 22 Juli.)

Einem lange gehegten Bedürfnisse der Laboratoriumspraxis, eine Vorrichtung zu besitzen, die es gestattet, selbstthätig grössere Flüssigkeitsmengen mit möglichst geringem Aufwand an Extractionsmittel zu extrahiren, ähnlich wie es der Soxhlet'sche Apparat bei festen Körpern ermöglicht, versuchten die von Neumann¹⁾ und neuerdings von Tcherniak²⁾ angegebenen Extractionsapparate entgegen zu kommen. Die Mängel beider, nämlich ihre wenig compendiöse Anordnung, sowie die Unmöglichkeit, innerhalb gewisser Grenzen beliebig grosse Flüssigkeitsmengen mit Vortheil extrahiren zu können, glaube ich an dem in nebenstehender Figur abgebildeten Apparate vermieden zu haben.

Die zu extrahirende Lösung kommt in den Behälter A und füllt denselben beispielsweise bis zum Niveau aa an. Das Extractionsmittel (gewöhnlich Aether) befindet sich im Kolben B und wird dort

im Wasserbade zum Sieden erhitzt. Seine Dämpfe gelangen durch das Rohr R_2 in eine aus Glas gefertigte, oben und seitlich mit vielen feinen Oeffnungen versehene Spirale S, aus der sie in sehr feiner Vertheilung in die zu extrahirende Flüssigkeit eintreten; sie condensiren sich und steigen in Gestalt unzähliger kleiner Tröpfchen langsam in die Höhe. Oben sammelt sich allmählich eine Aetherschicht an, die, sobald sie die Höhe bb erreicht hat, durch das Rohr R_1 selbstthätig in das Siedefäß B zurückfliesst.

Damit sich die Flüssigkeit in A nicht im Laufe des Betriebes auf die Siedetemperatur des Aethers erwärmen kann — dieses würde ein heftiges Aufwallen der ganzen Masse zur Folge haben, so dass ausser der ätherischen Lösung auch wässrige Flüssigkeit in den Kolben B gelangen würde — ist die Anbringung einer Kühlspirale K (von der in der Abbildung gezeichneten oder irgend einer anderen Form) unerlässlich. Eine andere Condensationsvorrichtung für etwa sich verflüchtigenden Aether ist, wie die Erfahrung lehrte, vollkommen überflüssig, da das Extractionsgefäß A oben durch einen Kork, wenn



¹⁾ Diese Berichte 18, 3061.

²⁾ Diese Berichte 25, 3651.

auch nicht hermetisch, so doch in einer eine grössere Luftcirculation verhindernden Weise verschlossen und daher der Verlust durch verdunstenden Aether ein minimaler ist.

Für ein ordentliches Functioniren des Apparates ist ein gleichmässiges, ruhiges Sieden des Aethers in *B* sehr wesentlich, worauf übrigens auch schon Tcherniak aufmerksam gemacht hat. Findet das Sieden nämlich nur stossweise statt, so kann es passiren, dass der Druck im Siedegefäß zu gross wird, als dass er sich durch die feinen Oeffnungen der Spirale ausgleichen könnte. In Folge dessen wird der Aether durch das Rohr *R*₁ in das Gefäß *A* geschleudert, fliest zwar nachher wieder zurück, jedoch verhindert dieser Vorgang natürlich eine gleichmässig rasche Extraction.

Absolut sicher erzielt man ein solches gleichmässiges Sieden meinen Erfahrungen nach nicht durch Platinschnitzel, sondern einfach durch ein etwa erbsengrosses Stückchen eines unglasirten, porösen Thontellers. Bei ordnungsgemäsem Gange der Extraction stellt sich im Rohre *R*₁ eine Aethersäule in einer Höhe ein, die dem hydrostatischen Drucke der Flüssigkeit in *A* entspricht.

Da das Rohr *R*₁ im Korkverschluss *k* verschiebbar ist, so lässt es sich in jeder beliebigen Höhe und somit für beliebige Flüssigmengen fixiren. Die entsprechende Bewegung des Rohres *R*₂ erfolgt an der Stelle *c*, wo es in das etwas weitere Spiralansatzrohr *R*₃ eingeschoben ist.

Die Dichtung geschieht durch ein Stück übergezogenen weichen Gummischlauches, der nur so eng gewählt wird, dass sich das Rohr *R*₂ noch leicht verschieben lässt. Um einen vollständigen Abschluss des Gummis von den Aetherdämpfen zu bewerkstelligen — was übrigens in den meisten Fällen gar nicht nötig ist — bringt man zwischen die beiden Rohrwandungen einen Tropfen Wasser, der durch Capillarität festgehalten, den Zutritt der Aetherdämpfe zum Gummi vollständig verhindert.

Der grösseren Beweglichkeit halber empfiehlt es sich, das Rohr *R*₂ noch an einer anderen Stelle zu theilen und einen ähnlichen (nicht gezeichneten) Verschluss anzubringen.

Der ganze Apparat hängt am Tubulus *k* im Ringe eines gewöhnlichen Statives.

Durch geringfügige Abänderungen lässt es sich ermöglichen, den beschriebenen Apparat auch für Extractionsmittel, die specifisch schwerer sind, als die zu extrahirende Flüssigkeit, verwendbar zu machen.

Man stellt zu dem Zwecke die Spirale *S* in den oberen Teil der Flüssigkeit ein, bringt darüber einen Schlangenkühler an, schiebt über das Abflussrohr *R*₁ ein zweites etwas weiteres, oben und unten offenes Rohr und giesst ausserdem vor Beschickung des Ganzen etwas

Extraktionsmittel, z. B. Chloroform auf dem Boden des Gefässes A. In diesem Falle werden die Chloroformdämpfe zunächst nach oben geschleudert und fallen dann als condensirte Tröpfchen zu Boden. Die sich unten ansammelnde Lösung steigt zwischen äusserem und innerem Rohr in die Höhe und fliesst darauf bei passender Stellung von R₁ in das Siedegefäß zurück.

Seit 1 $\frac{1}{2}$ Jahren im hiesigen Laboratorium zur vielfachen Anwendung gekommen, hat sich der Apparat¹⁾ in jeder Beziehung bewährt.

Leipzig, den 20. Juli 1893.

380. Spencer Umfreville Pickering: Die Gefrierpunkte von Natriumchloridlösungen.

(Eingegangen am 20. Juli.)

Die weiteren Bemerkungen des Hrn. Jones²⁾ verlangen nur ein Wort der Erwiderung, denn er hat noch nicht den geringsten Beweis zu Gunsten seiner Behauptung erbracht, dass seine Resultate sich durch eine regelmässige Curve darstellen liessen, und nur ein einziges irrtümliches Argument gegen die Beweiskraft dessen angeführt, was ich zu Gunsten der Ansicht, dass die Resultate das Vorhandensein von Knicke anzeigen, gesagt habe.

Ich zeigte, dass, wenn aus seinen experimentellen Punkten zwei Parabeln abgeleitet werden, welche Knicke an diejenigen Punkte verlegen, wo auch meine eigenen Resultate solche anzeigen, der scheinbare Fehler der Punkte genau mit dem Versuchsfehler (das 0.97fache des letzteren) übereinstimmt, während eine einzige Parabel, selbst nach Einführung eines Extrawerthes, die Resultate nicht wiedergibt, ohne den Fehler auf das 10000fache des Werthes, den er haben sollte, zu erhöhen.

Die einzige Antwort, welche Hr. Jones hierauf giebt, ist die, dass ich bei der Ermittelung der Grösse des experimentellen Fehlers nach meiner graphischen Methode zwei von den Punkten, welche in der Nähe der angenommenen Knicke liegen, ausgelassen hätte; und er fügt die unhaltbare und vollständig irrite Behauptung hinzu, dass diese Auslassung den angenommenen experimentellen Fehler »weit grösser« mache, als er thatsächlich ist. Ich will nicht viele Worte darüber verlieren, Hrn. Jones zu zeigen, dass die

¹⁾ Zu beziehen von der bekannten Glasbläserei von F. O. R. Götze, Glaskünstler, Leipzig, Liebigstr. 11.

²⁾ Diese Berichte 26, 1633.