

Wie aus der Zusammenstellung hervorgeht, ist beim Behandeln des (ungespaltenen) Palmkernfettes mit Essigsäureanhydrid Acetolyse nicht eingetreten, Verseifungszahl und Acetylverseifungszahl waren nahezu gleich. Die hohen Acetylverseifungszahlen der aus den gespaltenen Fetten gewonnenen Neutralstoffe weisen daher im Verein mit den übrigen Konstanten und den bei einheitlichen Glyceriden erhaltenen Ergebnissen auf Gegenwart von Mono- und Diglyceriden hin. [A. 63.]

## Ein Kühler für Kjeldahlsche Stickstoffbestimmungen aus einem Stück.

Mitteilung aus dem zootechnischen Institut der Kgl. Landwirtschaftlichen Hochschule zu Berlin.

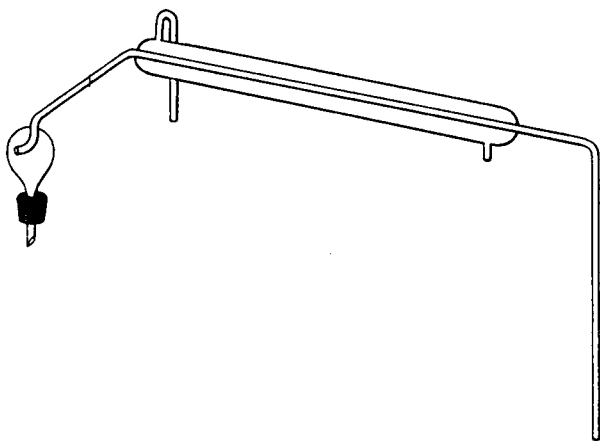
Von Dr. ERNST PESCHECK.

(Eingeg. 22./2. 1913.)

Obwohl gerade in den letzten Jahren zahlreiche Veröffentlichungen über Destillationsapparate erschienen sind, möchte ich trotzdem einen Apparat bekannt geben, den ich weder in der Literatur beschrieben, noch in Laboratorien vorgefunden habe.

Bei der Konstruktion des Kühlers kam es mir einmal darauf an, nach Möglichkeit alle Teile zu vermeiden, die zu Undichtigkeiten Veranlassung geben können und öfters ergänzt werden müssen; ferner zu verhindern, daß das aus dem nicht gekühlten Teile des Apparates durch heiße Dämpfe aus dem Glase gelöste Alkali in den Kühler und somit in die Vorlage gelangen kann, wodurch bekanntlich zum Teil nicht unbeträchtliche Fehler entstehen können.

Ich habe deshalb alle Schlauchverbindungen fortgelassen, durch die sehr leicht Undichtigkeiten entstehen mit Ausnahme natürlich derjenigen für die Zuleitung und den Abfluß des Kühlwassers. Die einzige Kautschukverbindung stellt der Stopfen dar, an den der Destillationskolben angeschlossen wird.



Wie aus der Zeichnung ersichtlich, sind alle nicht gekühlten Teile des Apparates so gerichtet, daß der darin sich kondensierende Dampf in den Destillationskolben zurückfließen muß, also Fehler durch aus dem Glase gelöstes Alkali auf ein Minimum beschränkt sind.

Bekanntlich gibt Glas, mit heißem Wasser behandelt, nicht unbeträchtliche Mengen Alkali ab. Man kann sich davon sehr leicht überzeugen, wenn man ein Glasrohr auf einer Seite zuschmilzt und darin etwas Wasser, mit Phenolphthalein als Indicator versetzt, kocht. Nach kurzer Zeit wird man eine kräftige alkalische Reaktion erhalten. Mit Reagensgläsern läßt sich der Versuch auch sehr gut machen. Durch das vom Glase abgegebene Alkali können nun bei Stickstoffbestimmungen ohne Kühlung ganz bedeutende

Fehler entstehen, wie ich seinerzeit, vgl. meine diesbezügliche Arbeit im Journal für Landwirtschaft 1906, S. 367, gezeigt habe. Alkaliarme Gläser, z. B. Jenaer Thermometerglas 16 III oder Borosilicatglas geben beim bloßen Kochen mit Wasser kein Alkali ab, wie ich mich wiederholt habe überzeugen können. Durch Anwendung solcher alkaliarmen Gläser läßt sich also der erwähnte Fehler bei Ammoniakdestillationen ohne Kühlung sicher vermeiden. Die trotzdem noch wahrzunehmenden Unsicherheiten bei dieser Bestimmungsart beruhen auf verschiedenen großen Ammoniakverlusten, die von dem Stickstoffgehalt der angewandten Substanz abhängen und auch durch die Menge des in die Vorlage mitgegebenen Wassers beeinflusst werden. Weiteres findet sich darüber in meiner schon erwähnten Arbeit.

Obwohl nun der vorstehende Apparat aus gewöhnlichem Natronglas geblasen ist, gibt er, wie ich durch viele Versuche habe feststellen können, fehlerfreie Zahlen, resp. liegen die Fehler innerhalb so kleiner Grenzen (es handelte sich immer nur um wenige Hundertstelkubikzentimeter, die von der in Zehntelkubikzentimeter eingeteilten Burette abgelesen wurden), daß sie ohne weiteres vernachlässigt werden können. Zu Titrationen benutze ich übrigens Büretten, die ich selbst ausgewogen habe. Außerdem berücksichtige ich genau nach der Zeit den Nachlauf, so daß Ablesungen von Hundertstelkubikzentimetern, wie man sich leicht durch Versuche überzeugen kann, sehr gut möglich sind.

Daß das für die Kühler verwendete Glas Alkali abgibt, davon konnte ich mich erst jetzt wieder an einem ganz neuen Apparat überzeugen. Bei halbstündigem Durchspülen mit heißen Dämpfen, also bei Ausschaltung der Wasserkühlung, fand ich in der Vorlage<sup>1)</sup>, unter der Annahme, daß 1 g Substanz angewandt worden war, eine 0,2% N entsprechende Alkalimenge. Mit 6,25 multipliziert als Rohprotein berechnet, ergibt sich demnach ein Fehler von 1,25%. Derselbe Kühler gab, nachdem die Wasserkühlung ange dreht worden war, keine Fehler.

Als Aufsatz für die Destillierkolben habe ich den alten bewährten von Reitmair beibehalten. Von Wichtigkeit ist, daß das kleine schräg gebogene Röhrchen in der Kugel nicht zu eng ist, wie man das häufig findet, damit das Kondenswasser abtropfen kann, weil sonst leicht oberhalb des engen Röhrchens eine Ansammlung von Flüssigkeit stattfindet, die von dem nachströmenden Dampfe mit in den Kühler gerissen werden und so zu Fehlern Veranlassung geben kann.

Das in die Vorlage eintauchende Rohr habe ich nicht mit einer Kugel oder irgend einer Erweiterung versehen, wie man sie im allgemeinen anzubringen pflegt, um die aus der Vorlage ev. zurücksteigende Flüssigkeit aufzunehmen. Ich habe dies einmal nicht getan, weil bei einer normal verlaufenden Destillation die Flüssigkeit nicht zurücksteigen kann, und weil ferner, für den Fall des Zurücksteigens, z. B. bei Erlöschen der Flamme unter dem Destillierkolben, oder wenn die Wasserkühlung aussetzt, Fälle, die nur durch grobe Versehen möglich sind, dann eine so beträchtliche Erweiterung an dem Rohre angebracht werden müßte, um alle Flüssigkeit aufnehmen zu können, daß dadurch nicht nur der Apparat recht zerbrechlich werden dürfte, sondern auch noch durch die wesentliche Vergrößerung des Volumens des Destillationsrohres eine unnötige Verlängerung der Destillationsdauer nötig sein würde, um das an den Wänden haftende Ammoniak in die Vorlage überzuspülen.

Vorstehender Apparat, zum Teil in wenig anderer Form, ist seit vier Jahren im hiesigen Institut fast täglich im Gebrauch. Er hat sich, namentlich was seine Haltbarkeit anbetrifft, ein Punkt, der mir seinerzeit recht bedenklich erschien, vorzüglich bewährt. Es ist bisher noch kein Kühler weder gesprungen, noch zerbrochen worden.

Der Destillationsapparat wird mit Stativ, Brenner usw. von der Firma Paul Altmann, Berlin NW. 6, Luisenstr. 47, hergestellt. [A. 50.]

<sup>1)</sup> Die Vorlage gab nach halbstündigem Kochen mit Wasser kein Alkali ab.