

ÜBER DIE ANWENDUNG DES NORMALSCHLIFFES BEIM MIKRO-KJELDAHL-APPARAT.

Von

JOSEF UNTERZAUCHER.

Aus dem Mikrolaboratorium des org.-chem. Institutes der Technischen Hochschule München.

(Eingelangt am 17. Oktober 1936.)

Beim Arbeiten mit kleinen Substanzmengen erscheint es stets wünschenswert, alle möglichen Operationen in ein- und demselben Gefäß auszuführen, um die mit jeder Umfüllung verbundene Gefahr eines Substanzverlustes zu vermeiden.

Es hat daher auch an Versuchen nicht gefehlt, den Mikro-Kjeldahl-Apparat derart zu gestalten, daß die Zersetzung der organischen Substanz und die Destillation in einem einzigen Kölbchen vorgenommen werden konnte. Schon F. PREGL¹ hat diesen Gedanken durch Einführung eines Schliffes verwirklicht. Ökonomische Gründe, die leichte Zerbrechlichkeit und die Gefahr des Einwachsens des Schliffes veranlaßten ihn jedoch, diesen Weg wieder zu verlassen. Seither scheint sich die Methode der Umfüllung allgemein eingebürgert zu haben.

Dank der hervorragenden Eigenschaften des Normalschliffes bestehen die erwähnten Bedenken heute nicht mehr zu Recht. Wie unsere Versuche zeigten, läßt sich die seinerzeit von F. PREGL eingeschlagene Arbeitsweise nunmehr mit Hilfe des Normalschliffes bequem und vorteilhaft gestalten.

Die hierzu verwendeten Zersetzungs- bzw. Destillationskölbchen bestehen aus Jenaer Geräteglas und sind mit dem Normalschliff 20/10 ausgestattet. Die Gesamtlänge beträgt 14 cm, der Durchmesser des Halses 2 cm und der der Kugel 4,5 cm. Die Vergrößerung der Kugel erweist sich namentlich bei Aufschlüssen, bei denen eine

¹ Die quant. org. Mikroanalyse, Berlin 1917, S. 100—103.

größere Flüssigkeitsmenge in Anwendung kommt, als sehr zweckdienlich. Um die durch Stoßen der siedenden Flüssigkeit vorhandene Gefahr des Herausspritzens vollkommen auszuschalten, werden die Kölbchen während der Veraschung mit einem aus der Zeichnung Abb. 1 ersichtlichen Schliffaufsatz, der in einem nach der Seite gebogenen Röhrchen endigt, verschlossen, und so in die Zersetzungsvorrichtung gestellt, daß das Aufsatzröhrchen schief nach

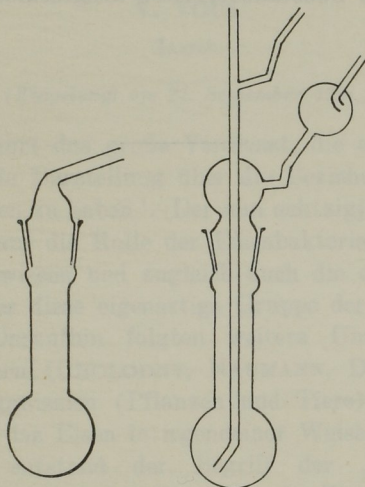


Abb. 1.

Abb. 2

aufwärts in die Absaugröhre ragt, so daß aus der Kugel geschleuderte Flüssigkeitsanteile aufgefangen werden und wieder zurückfließen. Nach erfolgter Veraschung und Erkaltenlassen lockert man den Schliffaufsatz und spült die anhaftende Flüssigkeit in das Kölbchen, wozu 4—5 ccm vollkommen ausreichen. Beim Anschalten des Kölbchens an die Destillationsvorrichtung, Abb. 2, benetzt man den Schliff mit einigen Tropfen Wasser und dreht denselben am Destillationsaufsatz fest. Ein Abgleiten ist selbst bei übertrieben heftigem Dampfdurchblasen nicht zu befürchten. Auch das Einwaschen des Schliffes ist nie vorgekommen, doch ist es klar, daß man den Schliff nicht unnötig dem Alkali ausgesetzt stehen lassen wird.

Die Destillation erfolgt in der üblichen Weise. Das Anheizen

des Kölbchens durch eine Flamme hat sich als überflüssig herausgestellt und kommt in Wegfall.

Der auf diese Weise modifizierte Apparat wurde durch eine Reihe von Testanalysen geprüft und hat sich im Analysenbetriebe bestens bewährt. Die Sicherung gegen das Verspritzen sowie der Fortfall des quantitativen Umfüllens erhöhen ganz beträchtlich die Sicherheit und Leichtigkeit der Durchführung, da hiedurch jede Gefahr eines Substanzverlustes ausgeschlossen wird.

