ist mit einer kleinen Röhre versehen, die man mit einer Luftpumpe verbindet. Sobald das Vakuum im Trichter hergestellt ist, schliesst man die Öffnung im Halse des Trichters durch Drehen des Stopfens und schüttelt aus. Hierauf lässt man durch Drehen des Stopfens plötzlich Luft in den Trichter eintreten, wodurch eine etwa entstandene geringe Emulsion beseitigt wird. — Angefertigt wird der Apparat von Poulenc Frères, Paris.

Einen verbesserten Soxhlet'schen Extraktionsaufsatz hat H. Schmid¹⁾ konstruiert. Durch diesen Aufsatz soll das Abdestillieren der Extraktionsflüssigkeit — behufs Wiedergewinnung — erleichtert, also das lästige Auseinandernehmen und Wiederaufbauen der Extraktionsapparatur beseitigt werden. Der Extraktionsraum des üblichen Soxhlet-apparates ist durch einen vom Boden abwärts führenden Kanal mit dem in den Destillationskolben führenden Ansatzrohr verbunden. Dieser Kanal wird durch einen Dreiweghahn abgeschlossen, während seitlich ein schräg abwärts gebogenes Abflussrohr vorhanden ist. Nach beendeter Extraktion dreht man den Hahn so, dass der Kanal und hiermit der Extraktionsraum mit dem seitlichen Rohr kommuniziert und destilliert hierauf die im Extraktions-Kolben enthaltene Extraktionsflüssigkeit ab. Diese nimmt den bekannten Weg und wird in einem geeigneten, unter dem seitlichen Rohr aufgestellten Gefäss aufgefangen. Besonders eignet sich der Apparat für fraktionierte Extraktionen, sowie zur Kontrolle des Extraktionsvorgangs, indem man von Zeit zu Zeit eine Probe der Extraktionsflüssigkeit aus dem Extraktionsraum nach aussen abfließen lässt und prüft. Desgleichen sind mit diesem Extraktionsaufsatz gewöhnliche und fraktionierte Destillationen auszuführen. Der Apparat kommt durch die Firma C. Desaga in Heidelberg (Filiale in Bern, Schweiz) in den Handel.

Einen modifizierten Soxhlet-Extraktionsapparat mit Destillationsvorrichtung schlägt Fritz Friedrichs²⁾ vor und verfolgt den gleichen Zweck wie H. Schmid. Ausserdem kann bei diesem Apparat der Kühler dauernd mit der Wasserleitung verbunden bleiben, da man ihn behufs Füllung des Extraktionskörpers nicht abzunehmen braucht. Das Prinzip besteht darin, dass der Kühler exzentrisch über dem Extraktionskörper an ein Dreiwegstück, T-Rohr, angeschlossen ist,

¹⁾ Chemiker-Zeitung **36**, 1249.

²⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie **25**, 2208.

dessen beide andere Rohre die kondensierte Flüssigkeit entweder nach dem Extraktionskörper oder nach einer Vorlage leiten.

Der nach oben gerichtete mittlere Arm des T-Rohrs ist zu einem kleinen, durch einen durchbohrten Stopfen verschlossenen Zylinder erweitert, in welchen der Kühler eingesetzt und weiter das Rohr eingeschmolzen ist, durch welches die Dämpfe des Extraktionsmittels zum Kühler aufsteigen. Der eine horizontale Arm des T-Rohres ist oben in die Wandung des Extraktionskörpers eingeschmolzen und kann durch einen Hahnstopfen, welcher gleichzeitig die obere Mündung des Extraktionskörpers verschliesst, mit letzterem in Verbindung gebracht, beziehungsweise von ihm abgeschlossen werden. Der zweite horizontale Arm des T-Rohrs ist zunächst nach oben, dann nach unten gebogen, so dass ein kleiner Heber entsteht, dessen längerer, nach abwärts gehender Schenkel durch einen Hahn abgeschlossen werden kann; diese Heber-röhre ist in dem Hals einer als Vorlage dienenden Flasche mittels eines durchbohrten Stopfens befestigt, während eine zweite Öffnung des Korks durch ein eingesetztes Glasrohr die Kommunikation mit der atmosphärischen Luft ermöglicht.

Nach Beschickung des Extraktionskörpers mit der betreffenden Substanz wird der Hahnstopfen aufgesetzt und so gedreht, dass der Extraktionskörper mit dem Kühler verbunden ist, worauf die Extraktion beginnen kann. Der Dampf der Flüssigkeit steigt durch das Ableitungsrohr in den Kühler, wird hier kondensiert, und die Flüssigkeit fliesst durch den betreffenden Arm des T-Rohrs und durch den Hahnstopfen in den Extraktionsraum zurück. Damit die Flüssigkeit nicht zwischen Gefässwand und Extraktionshülse herablaufen kann, ist der Hahnstopfen unten etwas abgeschrägt und verengt, so dass die Flüssigkeit auf den Extrahenden tropfen muss. Von diesem gelangt sie durch den Heber in den Extraktionskolben zurück. Nach beendeter Extraktion sperrt man durch Drehen des Hahnstopfens die Verbindung zwischen Extraktionsraum und Kühler ab und öffnet den Hahn des Hebers auf der anderen Seite des T-Rohrs. Die Extraktionsflüssigkeit fliesst nun als Kondensat in den Heber und wird von diesem in die Vorlage übergeführt. Ersterer ist so eng, dass er infolge der Kapillarität stets mit einem Flüssigkeitstropfen verschlossen ist, also nur der Flüssigkeit und nicht dem Dampf den Durchtritt erlaubt. Nach beendeter Destillation braucht man nur die das Destillat enthaltende Vorlage an die Stelle des den Extrakt enthaltenden Kolbens an den Extraktionskörper anzu-

schliessen, um den Apparat für eine neue Bestimmung fertig zu haben. Die Vorrichtung wird von der Firma Greiner & Friedrichs, Stützerbach in Thüringen, geliefert.

Über einen neuen Sublimier-Apparat und einige damit gemachte. Erfahrungen berichtet E. Philippe¹⁾. Diese Vorrichtung eignet sich sowohl für den qualitativen Nachweis als auch für die Reindarstellung und quantitative Bestimmung auch kleiner Substanzmengen sublimierbarer Körper, wie zum Beispiel Salizylsäure, Benzoësäure, Koffein, Saccharin etc. Eine etwa 3 cm hohe, mit ebenem Boden versehene Glasschale von zirka 7 cm Durchmesser wird mit der zu sublimierenden Substanz beschickt und sodann mit einem, den Schalenrand überragenden Uhrglas, dessen konvexe Seite nach oben gerichtet ist, bedeckt. Auf dieses Uhrglas legt man einen etwa 12 mm breiten und 6 bis 7 mm dicken Ring aus Weichgummi, welcher seinerseits den Kühler, eine unten offene, aus Nickelblech hergestellte Kapsel trägt. Diese ist mit drei Spiralfederhaken an dem Uhrglas befestigt und besitzt zwei rechtwinklig gebogene, durch den Deckel geführte Röhren, von welchen die eine bis fast auf das Uhrglas reicht und dem Wasserzulauf dient, während die andere, kurze für den Ablauf bestimmt ist. Die Erwärmung des Apparates geschieht auf doppeltem Drahtnetz über einem Pilzbrenner. Nach beendigter Sublimation wird das vorher tarierte Uhrglas nebst der sublimierten Substanz getrocknet und gewogen. Aus den mit diesem Apparat angestellten Versuchen geht hervor, dass im allgemeinen wesentlich mehr als 95 % der angewandten Substanz wieder gefunden werden, ein sehr befriedigendes Resultat in Anbetracht der kleinen, in Arbeit genommenen Mengen. Die beschriebene Vorrichtung wird von der Firma C. Desaga in Heidelberg und Bern hergestellt. -- Bei Salizylsäurebestimmungen in der Milch, welche man mittels des beschriebenen Apparates ausführte²⁾, wurden regelmäßig und ziemlich genau nur $\frac{2}{3}$ der zugesetzten Salizylsäure wiedergefunden. Die fehlende Menge von etwa 33 % ist nun nicht auf Verluste bei dem Verdunsten des Äthers oder bei der Sublimation zurückzuführen; vermutlich liegt der Grund

1) Mitteil. auf dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene, veröffentlicht vom Schweizer. Gesundheitsamt 3, 41; durch Zeitschrift für Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel 24, 347.

2) Koagulierung der Milch durch Kupfersulfat und Natronlauge nach Ritthausen, Extraktion des angesäuerten Filtrats mit Äther und Sublimation des Verdunstungsrückstandes.