

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

51393

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.II.1965 (P 107 303)

Pierwszeństwo: _____

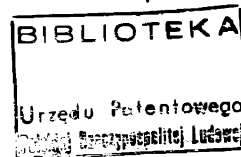
Opublikowano: 20.VII.1966

Kl. 42 1, 13/02

MKP 6-01 π

B o i d 3/04

UKD



Twórca wynalazku

i
właściciel patentu: Kazimierz Radwan, Łódź (Polska)

Aparat destylacyjny do oznaczania mikroilości azotu metodą Kjeldahla

1

Przedmiotem wynalazku jest aparat destylacyjny do oznaczania mikroilości azotu metodą Kjeldahla.

Znana jest klasyczna metoda oznaczania mikroilości azotu w substancjach organicznych metodą Kjeldahla, która polega na tym, że substancję organiczną spala się w stężonym kwasie siarkowym, a produkty spalania oddestylowuje się za pomocą aparatury składającej się z kolby destylacyjnej i chłodnicy, przy czym destylat odbiera się do kolbki zawierającej określoną ilość mianowanego roztworu. Przy używaniu tej aparatury destylacyjnej, wymaga ona każdorazowo ponownego montażu, co jest rzeczą kłopotliwą i czasochłonną.

Proces destylacyjny przy użyciu opisanej aparatury destylacyjnej trwa około 20 minut.

Znany jest również stosowany do tego celu zestaw aparatury destylacyjnej, według Parnasa-Wagnera, składający się z kolby destylacyjnej, chłodnicy kolby przelewowej do opróżniania kolby destylacyjnej oraz z kolby ogrzewanej palnikiem, do wytwarzania pary wodnej do oddestylowania amoniaku z kolby destylacyjnej, oraz z rurki ciśnieniowej, wprowadzonej wewnątrz ogrzewanej kolby wodnej.

Przy używaniu tej aparatury uzyskuje się samoczynne opróżnianie kolby destylacyjnej z cieczy poddestylacyjnej, lecz wymaga to periodycznego chłodzenia gorącej kolby, co nieraz powoduje jej pęknięcie. Poza tym proces destylacji przy użyciu tej aparatury wynosi również około 20 minut.

Istotą wynalazku jest bezpośrednie ogrzewanie

2

parą wodną pojemnika zawierającego ciecz poddawaną destylacji oraz zastosowanie pompki wodnej do wytwarzania podciśnienia, w celu opróżniania tego pojemnika, dzięki czemu cały proces destylacyjny zostaje skrócony do około 3 minut.

Przedmiot wynalazku jest pokazany w przykładowym wykonaniu na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia aparat destylacyjny w widoku z przodu, fig. 2 — aparat destylacyjny w przekroju wzdłuż linii A—A na fig. 1, a fig. 3 — aparat destylacyjny w przekroju wzdłuż linii B—B na fig. 1.

Aparat destylacyjny według wynalazku ma trój-szyjną kolbę 1; w środkowej szyjce 2 umocowana jest destylacyjna nasadka 3. W dolnej części kolby 1 umieszczona jest elektryczna grzałka 4 w kwarcowej rurce 5 zamocowanej w doszlifowanym korku 6, z którego wyprowadzone są elektryczne przewody 7 doprowadzone poprzez niewidoczny wyłącznik do gniazda sieci elektrycznej.

Destylacyjna nasadka 3 w części wchodzącej do kolby 1 ma pojemnik 8, w którym znajduje się destylowana ciecz. W pojemniku 8 umieszczona jest wtopiona swym górnym końcem do jego ściany rurka 9; pojemnik 8 jest otoczony płaszczem 10 zaopatrzonym w otworek 11 do przepływu pary wodnej z kolby 1 poprzez rurkę 9 do pojemnika 8.

Górna wystająca ponad szyjkę 2 część nasadki 3 stanowi chłodnicę utworzoną z trzech koncentrycznie umieszczonych rur 12, 13 i 14, przy czym wewnętrzna rura 12 jest przylutowana do ścianki nasadki 3

powyżej miejsca przylutowania do niej pojemnika 8, dzięki czemu tworzy się wolna przestrzeń o większej od nich średnicy.

Górna krawędź rury 12 jest zlutowana z górną krawędzią rury 13 o większej od niej średnicy. Rura 13 na dole jest również przylutowana do nasadki 3, tak że tworzy się pomiędzy rurami 12 i 13 przestrzeń zamknięta 16, która podczas destylacji chroni pary przed skraplaniem się wewnątrz rury 12.

Następna koncentryczna rura 14 jest u góry zamknięta, a na dole przylutowana do nasadki 3, przy czym ściany rur 3 i 14 tworzą chłodnicę, do której wprowadza się wodę wlotową końcówką 17, a odprowadza wylotową końcówką 18.

Końcówka 18 jest połączona z ssącą pompką wodną 19 zawierającą odpływową rurkę 20 oraz końcówkę 21, która jest połączona za pomocą gumowej rurki 22 z kranem 23, połączonym z drugiej strony z zasysającą rurką 24, wprowadzoną do przestrzeni pomiędzy pojemnikiem 8 a płaszczem 10, tak że sięga ona swym dolnym końcem do dna płaszcza 10.

W trzeciej szyjce kolby 1 umieszczony jest szlifowany korek 25 z kranem 26 oraz lejkiem 27.

Do przestrzeni, chłodzonej wodą, znajdującej się pomiędzy rurami 13 i 14 jest wtopiona poprzez ściankę nasadki 3 ściekowa rurka 28, z której skropliny są odbierane do odbieralnika 29.

Do przestrzeni 15 w ściankę nasadki 3 wtopiona jest rurka 30 zakończona lejkiem 31, którego otwór jest zamykany szlifowaną zatyczką 32.

Działanie aparatu destylacyjnego według wynalazku jest następujące. Przez lejek 27 wlewa się do kolby 1 wodę. Kran 23 jest zamknięty. Przez lejek 31 wlewa się do pojemnika 8 analizowaną ciecz i zamyka go zatyczką 32, po czym zamyka się kran 26. Przez końcówkę 17 wprowadza się do chłodnicy wodę. Po włączeniu grzałki następuje ogrzanie się wody w kolbie 1, a wytworzona w niej para wodna przez otworek 11 i rurkę 9 wpływa do analizowanej cieczy zawartej w pojemniku 8, powodując jej wrzenie i destylację. Unoszące się do góry pary przez rurę 12 wpływają do przestrzeni chłodzonej i po skropleniu wyciekają rurką ściekową 28 do odbieralnika 29.

Po skończonej destylacji otwiera się kran 23, przy czym wtedy dopiero pompka wodna 19 wytwarza podciśnienie, które powoduje zassanie rurką 24 cieczy podestylacyjnej z pojemnika 8 poprzez rurkę 9 do wnętrza płaszcza 10 i odprowadzenie tej cieczy

podestylacyjnej poprzez pompkę 19 i końcówkę 20. Gdy ciecz podestylacyjna zostanie już ściągnięta, otwiera się zatyczkę 32 i wlewa się lepkiem 31 wodę płuczącą, która również zostaje zasysana i odprowadzana z aparatu. Po przepłukaniu pojemnika 8 zamyka się kran 23 i otwiera kran 26, po czym aparat jest już ponownie gotowy do przeprowadzania następnej destylacji.

Dzięki wyżej opisanej konstrukcji aparatu, ma on małe gabaryty i stanowi jedną całość w postaci łatwej do przechowywania, obsługi i konserwacji.

W przypadkach destylacji analizowanej cieczy tworzącej pęcherzyki piany, piana ta w przestrzeni 15 zostaje rozbita.

Cały cykl destylacyjny wraz z napełnianiem pojemnika 8, destylacją i przepłukaniem aparatu trwa około 3 minut.

Zastrzeżenia patentowe

1. Aparat destylacyjny do oznaczania mikroilości azotu metodą Kjeldahla, zawierający pojemnik do analizowanej cieczy, chłodnicę do skraplania par z pojemnika oraz kolbę do wytwarzania pary wodnej, **znamienny tym**, że składa się z trójszyjnej kolby (1), w środkowej szyjce której umieszczona jest nasadka (3), zawierająca w dolnej części, wchodzącej do kolby (1) pojemnik (8), płaszcz (10) z otworkiem (11) oraz rurkę (9), natomiast górna część nasadki (3) stanowi chłodnicę par destylowanych, przy czym wewnątrz kolby (1) umieszczony jest elektryczny grzejnik (4) obudowany rurką kwarcową (5).
2. Aparat destylacyjny według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w górnej części nasadki (3) umieszczone są trzy koncentryczne rury (12, 13, 14), z których wewnętrzna rura (12) jest zlutowana na dole z nasadką (3), a na górze z rurą (13) tworząc zamkniętą przestrzeń (16), natomiast rura (14) wraz ze ścianą nasadki (3) tworzy płaszcz chłodniczy.
3. Aparat destylacyjny według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że chłodnica ma wlotową końcówkę (17) do wody oraz wylotową końcówkę (18) połączoną z ssącą pompką wodną (19), która połączona z ssącą końcówką (21) jest połączona poprzez kran (23) z zasysającą rurką (24) wchodzącą poprzez ściankę nasadki (3) wewnątrz płaszcza (10).

