



SCHWEIZERISCHE EidGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Int. Cl.<sup>3</sup>: B 01 D 3/02  
B 01 L 11/00

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



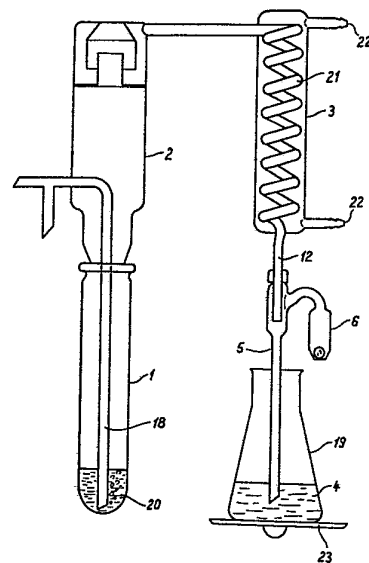
**PATENT**SCHRIFT A5

**637 026**

<p>① Gesuchsnummer: 4116/79</p> <p>② Anmeldungsdatum: 02.05.1979</p> <p>④ Patent erteilt: 15.07.1983</p> <p>⑤ Patentschrift veröffentlicht: 15.07.1983</p>	<p>⑦ Inhaber: Büchi Laboratoriums- Technik AG, Flawil</p> <p>⑧ Erfinder: Arthur Spring, Flawil Arthur Bähr, Flawil</p> <p>⑨ Vertreter: Hepp &amp; Partner AG, Wil SG</p>
--	--

**⑤ Destilliereinheit.**

⑥ Die Destilliereinheit zum Destillieren einer Probe (20), bei der das Destillat in einem geschlossenen System in eine Vorlage (4) geleitet wird, besteht aus einem heizbaren Destilliergefäß (1), einem Spritzschutz (2), einem Kühler (3) und aus einem in die Vorlage (4) getauchten Destillat-Auslaufrohr (5). Um beim Unterbrechen des Destilliervorganges nach einer vorbestimmten Zeit zu verhindern, dass durch das entstehende Vakuum die Vorlage (4) in die Apparatur zurückgesaugt wird, weist das Destillat-Auslaufrohr (5) ein Rückschlag-Ventil (6) auf, welches die Anlage beim kleinsten Unterdruck belüftet. Auf diese Weise muss der Vorlageteller (23) nicht mehr wie bisher durch aufwendige Hubvorrichtungen abgesenkt werden.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Destilliereinheit, die wenigstens während des Destilliervorganges ein geschlossenes System bildet, mit einer Destillieranordnung und mit einem Destillat-Auslaufrohr, welches in eine flüssige Destilliervorlage und/oder das Destillat mündet und in diese eingetaucht ist, dadurch gekennzeichnet, dass das Destillat-Auslaufrohr (5) zum Belüften des geschlossenen Systems mit einem Rückschlagventil (6) versehen ist.

2. Destilliereinheit nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Rückschlagventil (6) ein mit dem Destillat-Auslaufrohr (5) verbundenes Kugelventil ist.

3. Destilliereinheit nach Patentanspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Kugelventil aus einem vertikalen, etwa zylindrischen Ventilgehäuse (7) besteht, dessen am unteren Ende angeordnete Ventilöffnung (16) durch die Kugel (9) aufgrund deren Schwerkraft verschlossen ist.

4. Destilliereinheit nach Patentanspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass Ventilgehäuse (7) und Destillat-Auslaufrohr (5) aus Glas gefertigt und einstückig miteinander verbunden sind.

5. Destilliereinheit nach Patentanspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Kugel (9) des Kugelventils aus Achat gefertigt ist.

6. Destilliereinheit nach Patentanspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindungsleitung (17) zwischen Destillat-Auslaufrohr (5) und Kugelventil einen nach oben gerichteten Bogen (10) aufweist und an einer Stelle (11) in das Destillat-Auslaufrohr (5) mündet, welche oberhalb der Öffnung einer in das Destillat-Auslaufrohr geschobenen Destillat-Zufuhrleitung (12) liegt.

7. Destilliereinheit nach Patentanspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Gewicht der Ventilkugel kleiner ist als das dem Volumen unterhalb der Eintrittsstelle entsprechende Flüssigkeitsgewicht im Destillat-Auslaufrohr.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Destilliereinheit, die wenigstens während des Destilliervorganges ein geschlossenes System bildet, mit einer Destillieranordnung und mit einem Destillat-Auslaufrohr, welches in eine flüssige Destilliervorlage mündet und in diese eingetaucht ist.

Derartige Destilliereinheiten werden für die verschiedensten labormässigen Analysen verwendet. Das geschlossene System während dem Destilliervorgang ist insbesondere dann von Bedeutung, wenn auch schnell verdunstende oder gasförmige Stoffe durch die Destilliervorlage gebunden werden müssen. Die Erfindung wird nachstehend am Beispiel einer Destilliereinheit für die Stickstoffbestimmung von Milchproben durch Direkt-Destillation beschrieben. Die erfindungsgemässe Vorrichtung kann jedoch für alle Destilliereinheiten der eingangs genannten Art eingesetzt werden.

Die Stickstoffbestimmung durch Direkt-Destillation beruht auf der Erkenntnis, dass eine Probe beim Kochen in alkalischer Lösung Ammoniak abspaltet. Der Hauptanteil dieses Ammoniaks stammt aus der raschen, nach wenigen Minuten abgeschlossenen Hydrolyse der Eiweissbauteile Glutamin und Asparagin. Diese Tatsache erlaubt es nun, experimentell das Verhältnis zwischen Gesamtstickstoff resp. Protein und dem beim Kochen in alkalischer Lösung freier werdenden Ammoniakstickstoff zu ermitteln. Die gesamte Analyse reduziert sich durch diese Direkt-Destillation auf folgende Arbeitsschritte: Einpipettieren, Verdünnen, alkalisch Stellen, Destillieren, Titrieren, Berechnen. Wichtig ist

jedoch, dass die Destillationszeit strikte eingehalten wird und dass das Destillat-Auslaufrohr in die Vorlage eingetaucht ist, damit auch gasförmige Ammoniakteile in der Vorlage gebunden werden.

5 Beim Stoppen des Destilliervorganges entsteht bekanntlich ein Unterdruck, der bei eingetauchtem Destillat-Auslaufrohr zur Folge hätte, dass das Destillat wieder in das Destilliergefäss zurückgesaugt würde. Um dies zu vermeiden, muss daher genau nach der vorgegebenen Destillierzeit die Vorlage mit dem Destillat entfernt werden, bevor die Destillation unterbrochen wird.

Für eine möglichst rationelle Probendurchführung sind bereits Geräte bekannt, mit denen die Destillation weitgehend automatisiert wird. Nach dem Ablauf der vorher einstellbaren Destillierzeit wird bei diesen Geräten die Destilliervorlage automatisch abgesenkt, bevor der Destilliervorgang unterbrochen wird. Auf diese Weise wird ein Zurücksaugen der Vorlage zuverlässig vermieden. Der Nachteil dieser Geräte besteht jedoch darin, dass die Hubvorrichtung und die gesamte dazu erforderliche Steuerelektronik aufwendig und teuer sind. Die Hubmechanik ist ausserdem störanfällig und erfordert sorgfältige Wartung und Pflege.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, eine Destilliereinheit der eingangs genannten Art zu schaffen, bei der auf einfachste Weise das Zurücksaugen der Vorlage nach dem Unterbrechen des Destilliervorganges vermieden wird und bei der keine aufwendigen mechanischen und elektronischen Hub- und Steuereinrichtungen erforderlich sind. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss dadurch gelöst, dass das Destillat-Auslaufrohr zum Belüften des geschlossenen Systems mit einem Rückschlag-Ventil versehen ist. Auf diese Weise kann die Destillation unterbrochen werden, ohne dass die Destilliervorlage überhaupt abgesenkt werden muss. Ersichtlicherweise wird die Apparatur bereits bei einem kleinen Unterdruck belüftet, so dass ein Ansaugen der Vorlage bzw. des Destillates nicht mehr möglich ist. Beim Destilliervorgang selbst bleibt das System jedoch geschlossen, so dass insbesondere beim Start der Destillation auch gasförmige Bestandteile nicht in die Atmosphäre entweichen können, sondern der Vorlage zugeleitet werden.

Besonders einfach lässt sich die Erfindung realisieren, wenn das Rückschlag-Ventil ein mit dem Destillat-Auslaufrohr verbundenes Kugelventil ist, und wenn das Kugelventil aus einem vertikalen, etwa zylindrischen Ventilgehäuse besteht, dessen am unteren Ende angeordnete Ventilöffnung durch die Kugel mittels Schwerkraft verschlossen ist. Ein derartiges Rückschlag-Ventil ist ausserordentlich einfach im Aufbau und arbeitet trotzdem zuverlässig und präzise. Selbstverständlich sind jedoch auch andere Arten von Rückschlag-Ventilen denkbar. Anstelle der Kugel könnte z. B. auch eine durch Federkraft auf die Ventilöffnung gepresste Platte treten.

Wenn Ventilgehäuse und Destillat-Auslaufrohr aus Glas gefertigt und einstückig miteinander verbunden sind, erhält man ein einziges Bauteil, so dass keine Montagearbeiten mehr erforderlich sind. Die Herstellung eines derartigen Glasbauteiles bietet für einen geübten Glasbläser keinerlei Probleme und lässt sich zudem kostengünstig herstellen. Ausserdem ist dadurch gewährleistet, dass das Rückschlag-Ventil z. B. beim Auswechseln eines defekten Destillat-Auslaufrohres in jedem Fall wieder vorhanden ist und nicht zuerst eingestellt werden muss. Bedienungsfehler sind auf diese Weise praktisch ausgeschlossen.

Besonders widerstandsfähig ist das Kugelventil, wenn die Kugel aus Achat gefertigt ist. Dieses Material lässt sich einerseits gut schleifen und gewährleistet eine zuverlässige Abdichtung. Andererseits ist Achat jedoch auch widerstandsfähig gegenüber Säuren, so dass die Ventilkugel beim Eindringen

von Säure in das Ventilgehäuse nicht beschädigt werden kann. Anstelle von Achat sind jedoch auch andere Materialien wie z. B. Teflon, Edelstahl usw. denkbar.

Das Eindringen von Flüssigkeit in das Ventilgehäuse wird vermieden, wenn die Verbindungsleitung zwischen Destillat-Auslaufrohr und Kugelventil einen nach oben gerichteten Bogen aufweist und an einer Stelle in das Destillat-Auslaufrohr mündet, welche oberhalb der Öffnung einer in das Destillat-Auslaufrohr geschobenen Destillat-Zuführleitung liegt. Bei dieser Anordnung wird das Destillat an der Mündungsstelle der Verbindungsleitung vorbeigeleitet, so dass auch bei schräggestelltem Destillat-Auslaufrohr ein Eindringen in das Ventilgehäuse unmöglich ist. Um zu verhindern, dass Destillatbestandteile in das Ventilgehäuse eindringen können, hat die Verbindungsleitung einen nach oben gewölbten Bogen.

Ersichtlicherweise muss das Gewicht der Ventilkugel kleiner sein als das dem Volumen unterhalb der Eintrittsstelle entsprechende Flüssigkeitsgewicht im Destillat-Auslaufrohr. Nur so ist gewährleistet, dass die Anlage belüftet wird, bevor die flüssige Vorlage mit dem Destillat in die Apparatur zurückfließen kann. Das Gewicht der Achat-Kugel ist jedoch derart gering, dass bereits beim geringsten Unterdruck bzw. Ansteigen der Flüssigkeit im Destillat-Auslaufrohr ein Druckausgleich hergestellt wird.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in den Zeichnungen dargestellt und wird nachstehend genauer beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Destilliereinheit mit den Einzelheiten der Erfindung und

Fig. 2 einen Querschnitt durch ein Destillat-Auslaufrohr mit Rückschlag-Ventil in massstabgetreuer Darstellung.

Wie in Fig. 1 dargestellt, befindet sich die vorher aufbereitete Probe 20 im Destilliergefäß 1, welches an einen Spritzschutz 2 angeschlossen ist. Ein Einleitrohr 18 ist bis auf den Boden des Destilliergefäßes 1 in die Probe 20 eingetaucht und erfüllt verschiedene Funktionen. Über das Einleitrohr 18 kann die Probe zuerst durch Zuleiten von destilliertem Wasser und Natronlauge aus Vorratsbehältern aufbereitet werden. Anschliessend dient das Einleitrohr 18 zum Einleiten von Wasserdampf zur Destillation der Probe 20. Die Dampfproduktion wird dabei unter Berücksichtigung der einkalkulierten Verzögerungszeiten mit einem Zeitrelais gesteuert, so dass die Destillation nur während einer bestimmten Zeit erfolgt.

Der aus dem Destilliergefäß aufsteigende Dampf erreicht über den Spritzschutz 2 den Kühler 3. Dieser ist mit Kühlwasseranschlüssen 22 und mit einer Kühlschlange 21 herkömmlicher Bauart versehen. Das kondensierte Destillat gelangt über ein Destillat-Zufuhrrohr 12 in das Destillat-Auslaufrohr 5, welches in die Destilliervorlage eingetaucht ist. Die Destilliervorlage 4 im Erlenmeyerkolben 19 kann z. B. aus einer Schwefelsäure- oder einer Borsäurelösung bestehen. Der Erlenmeyerkolben 19 steht auf einem abklappbaren Vorlageteller 23.

Bei Druckausgleich oder bei Überdruck ist das Rückschlag-Ventil 6 geschlossen. Dadurch liegt während des Destillier-Vorganges aufgrund des in die Destilliervorlage 4 eingetauchten Destillat-Auslaufrohrs 5 ein geschlossenes System vor. Ammoniakteile, welche bei Beginn des Destillier-vorganges gasförmig durch das Destillat-Auslaufrohr 5 ge-

blasen werden, können nicht in die Atmosphäre entweichen, sondern werden von der Destilliervorlage 4 ebenfalls sofort gebunden. Auf diese Weise werden Analysefehler beim nachfolgenden Titrieren der Destilliervorlage vermieden.

5 Beim Unterbrechen des Destilliervorganges nach einer vorbestimmten Zeit tritt im System sofort ein Vakuum auf, welches ohne Druckausgleich das Ansaugen der Destilliervorlage zur Folge hätte. Bei den herkömmlichen Destilliereinheiten wurde daher der Vorlageteller 23 unmittelbar vor dem Unterbrechen des Destilliervorganges automatisch abge-  
10 senkt. Bei einfacheren Geräten wurde die Vorlage manuell entfernt. Dieser Aufwand entfällt bei der erfindungsgemässen Vorrichtung völlig, da das Rückschlag-Ventil selbst bei geringem Unterdruck im Destillier-System sofort öffnet und  
15 einen Druckausgleich herstellt.

Wie in Fig. 2 dargestellt, ist das Rückschlag-Ventil 6 einstückig mit dem Destillat-Auslaufrohr 5 verbunden. Selbstverständlich wäre es jedoch auch denkbar, das Rückschlag-Ventil als separates Bauteil, welches an das Destillat-Aus-  
20 laufrohr angeschlossen werden kann, auszuführen. Das Rückschlag-Ventil 6 besteht aus einem etwa zylindrischen Ventilgehäuse 7, dessen Seitenwand sich nach unten etwa kegelförmig zur Ventilöffnung 16 verjüngt. An dieser kegelförmigen Einziehung ist ein Ventil Sitz 8 eingeschliffen. Die Ven-  
25 tilkugel 9 verschliesst das Ventil bei Druckausgleich und bei jedem vom Destillat-Auslaufrohr 5 herkommenden Überdruck. Die Verbindungsleitung 17 zwischen dem Rück-  
schlag-Ventil 6 und dem Destillat-Auslaufrohr 5 weist einen nach oben gerichteten Bogen 10 auf. Der Bogen 10 verhin-  
30 dert, dass Destillat-Bestandteile in das Ventil eindringen können. Das kühlenseitige Destillat-Zufuhrrohr 12 ist wie dargestellt tief in die etwas erweiterte Partie 24 des Destillat-Auslaufrohres 5 eingeschoben. Die Öffnung dieses Destillat-Zufuhrrohres liegt unterhalb der Stelle 11, an der die Verbin-  
35 dungsleitung 17 in die erweiterte Partie einmündet. Auch diese Anordnung ist eine Massnahme, um zu verhindern, dass Destillat in das Rückschlag-Ventil eindringen kann. Das obere Ende des Destillat-Auslaufrohres 5 ist mit einem Gewinde 15 versehen, so dass eine Dichtung 14 mit Hilfe ei-  
40 ner Überwurfmutter 13 auf die obere Mündung gepresst werden kann. Auf diese Weise wird das Destillat-Zufuhrrohr 12 gasdicht mit dem Destillat-Auslaufrohr 5 verbunden.

Mit der erfindungsgemässen Vorrichtung ist ein automatisches oder manuelles Absenken der Vorlage 4 überhaupt  
45 nicht mehr notwendig. Auf diese Weise können die Destilliereinheiten wesentlich vereinfacht werden, ohne dass die Sicherheit der Anlage in irgendeiner Weise beeinträchtigt wäre. Das Anbringen des Rückschlag-Ventils am Destillat-Auslaufrohr 5 bietet bei der Herstellung keinen nennenswerten Mehraufwand, und die Kosten für das Ventil sind verglichen mit der aufwendigen elektromechanischen und elek-  
50 tronisch gesteuerten Absenkvorrichtung ausserordentlich gering. Das Rückschlag-Ventil mit dem Destillat-Auslaufrohr 5 lässt sich wegen der einfachen Bauweise leicht reinigen und  
55 kann im Bedarfsfall sofort ausgewechselt werden, ohne dass dabei die Destilliereinheit für längere Zeit ausser Betrieb gesetzt werden muss. Ersichtlicherweise sind auch andere Konfigurationen, insbesondere vom Ventilgehäuse 7 und von der Verbindungsleitung 17, denkbar, ohne den Gegenstand der  
60 Erfindung zu verlassen. Im Bedarfsfall können auch andere Rückschlag-Ventile als das dargestellte Kugelventil eingesetzt werden, welche genau die gleiche Funktion erfüllen.

