



UNIVERSITÄTS-  
BIBLIOTHEK  
PADERBORN

# **Technik der Experimentalchemie**

**Arendt, Rudolf**

**Hamburg [u.a.], 1900**

Destillieren

---

[urn:nbn:de:hbz:466:1-84031](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-84031)

Boden des Cylinders; dasselbe ist unten durch Ausziehen sehr stark verengt, oben hingegen erweitert es sich zu einer Kugel von 4 cm Durchmesser; das obere Ende enthält ferner die beim Thermoregulator gebräuchliche Vorrichtung der Gasregulierung. Durch die zweite Bohrung geht ein rechtwinklig gebogenes Glasrohr, welches dicht unter dem Kork endigt und zur Verbindung des Apparats mit dem Wasserbade dient. In den Cylinder giebt man  $1\frac{1}{2}$  cm hoch Quecksilber; der übrige Raum wird vollständig mit Wasser gefüllt. Der Apparat wird durch einen starkwandigen Kautschukschlauch mit dem Dampfraum des Wasserbads verbunden; das letztere besitzt zweckmäÙig einen Hahn, durch welchen man, wenn das Wasser zum Sieden gekommen ist, kurze Zeit lang Dämpfe austreten läÙt, um die Luft zu verdrängen. Schließt man den Hahn, so tritt das Manometer in Wirksamkeit und erhält die Temperatur in allen Teilen des Wasserbads zuverlässig konstant. Die angegebene Form des Steigrohrs verhindert vollständig das Oszillieren der Quecksilbersäule.

Für Herstellung einer Temperatur von  $105^{\circ}$  genügen bei 760 mm Druck 14,6 cm, für  $110^{\circ}$  31,5 cm der Quecksilbersäule im Steigrohr (der Gegendruck der Wassersäule im Cylinderglas ist dabei unberücksichtigt). Dem Steigrohr kann eine variable Höhe gegeben werden. Der Apparat wird wenig beeinflusst durch Schwankungen des Barometerstands, weil zwischen  $100^{\circ}$  und  $110^{\circ}$  die durchschnittliche Steighöhe für  $1^{\circ}$  3,15 cm beträgt. Mit steigender Temperatur wächst diese Empfindlichkeit, und der Einfluss der Barometerschwankung wird immer verschwindender.

## DESTILLIEREN UND SUBLIMIEREN.

Der Destillationsapparat besteht aus drei Teilen: dem DestillationsgefäÙ, dem Kühlrohr und der Vorlage.

**1. Das DestillationsgefäÙ** ist in den meisten Fällen eine Retorte, seltener ein Kolben. Es muÙ geräumig sein, damit die Flüssigkeit beim Sieden nicht überschäumt und in das Kühlrohr tritt. Soll während der Destillation die Siedetemperatur beobachtet werden, so muÙ die Retorte einen Tubulus haben, durch welchen man mittelst eines durchbohrten Korks ein Thermometer luftdicht einsetzt. Die zu solchem Zwecke dienenden Thermometer haben kein kugelförmiges, sondern ein cylindrisches QuecksilbergefüÙ, welches nicht dicker (lieber etwas dünner) als die Röhre sein darf, damit es beim Durchschieben durch den Kork die Öffnung



desselben nicht nachteilig erweitere. Das Thermometer darf nicht zu tief in die Flüssigkeit eintauchen, da es sonst den Siedepunkt nicht genau markiert; eher darf es ganz außerhalb der Flüssigkeit dicht über dem Spiegel derselben stehen, da der Dampf dieselbe Temperatur besitzt, wie jene. Beim Erhitzen der Retorten hat man alle die Vorsichtsmafsregeln anzuwenden, die beim Erhitzen von Glasgefäfsen überhaupt gelten, also Umgeben mit einem Drahtnetze oder Asbestpappe, oder Einsenken in ein Sandbad, Wasserbad, Luftbad etc.

Sehr unbequem macht sich in vielen Fällen das Stofsen der siedenden Flüssigkeit, das heifst die plötzliche Entwicklung größerer Dampf-

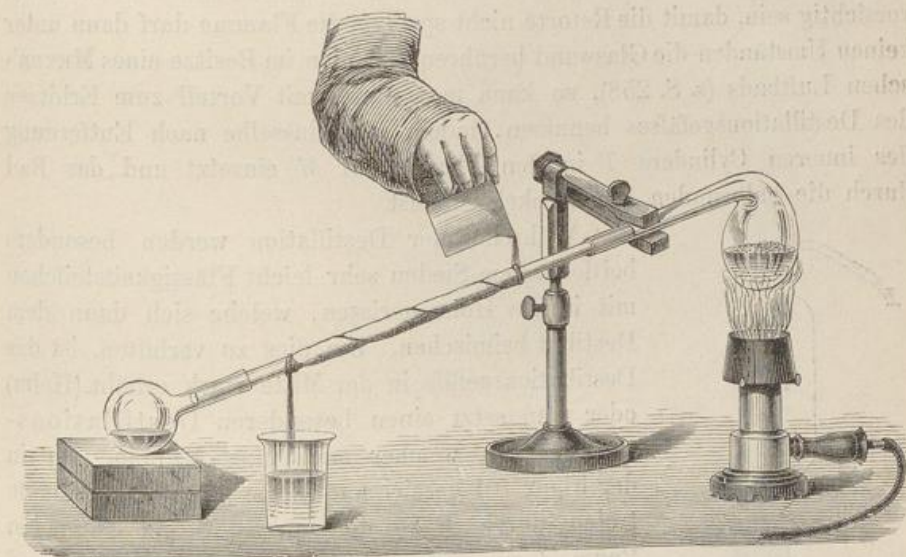


Fig. 400. Einfachste Form der Destillation.

blasen infolge Siedeverzugs, wodurch der ganze Apparat in Erschütterung versetzt wird und die Flüssigkeit leicht übersteigen kann. Man vermeidet dies durch Einschütten von etwas scharfkörnigem, gut gewaschenem Sand (wenn der Rückstand von der Destillation nicht weiter verwendet werden soll) oder Einlegen mehrerer Stücke feinen Platindrahts oder poröser Körper, z. B. Bimsstein. Die Wirkung des letzteren kann man mit der des Platindrahts verbinden, indem man diesen zu einer Spirale zusammen dreht, mehrere dünne Bimssteinstücke hineinsteckt und die Enden der Spirale zusammenbiegt, so daß die Stückchen nicht herausfallen können (REISSMANN). Auch kapillare Glasröhrenstückchen von 3—10 mm Länge, welche an einem Ende zuzuschmelzen sind, werden empfohlen (MARKOWNIKOW).



In sehr vollkommener Weise verhindert E. BECKMANN (Deutsches Reichspatent) den Siedeverzug und das Stossen dadurch, daß er in den Boden der Retorte mittels einer oder mehrerer Warzen aus sogenanntem Schmelzglas kurze Stücke Platindraht einschmilzt, welche innen und außen einige Millimeter hervorragen. Dadurch wird die Wärme der Flamme direkt in die Flüssigkeit geleitet und gleichmäÙig in ihr verteilt, und das Sieden erfolgt fortdauernd mit gleicher Ruhe und RegelmäÙigkeit. Die Masse des Schmelzglases ist so beschaffen, daß ein Springen des Glases an den Einschmelzstellen nicht erfolgen kann.

Destilliert man über freiem Feuer, so muß man gegen das Ende der Operation, wenn die Flüssigkeit anfängt einzutrocknen, mit dem Erhitzen vorsichtig sein, damit die Retorte nicht springt: die Flamme darf dann unter keinen Umständen die Glaswand berühren. Ist man im Besitze eines MEYER'schen Luftbads (s. S. 258), so kann man dieses mit Vorteil zum Erhitzen des DestillationsgefäÙes benutzen, indem man dasselbe nach Entfernung des inneren Cylinders *T* in den Thonmantel *M* einsetzt und das Bad durch die halbrunden Blechdeckel schließt.

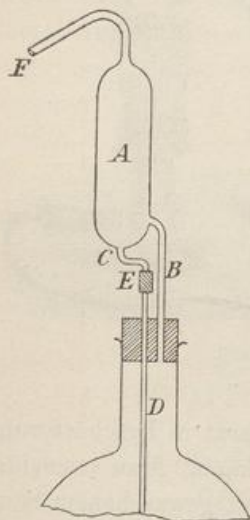


Fig. 401. Destillationsaufsatz nach MÜLLER.

Während der Destillation werden besonders bei lebhaftem Sieden sehr leicht Flüssigkeitsteilchen mit in die Höhe gerissen, welche sich dann dem Destillat beimischen. Um dies zu verhüten, ist das DestillationsgefäÙ in der Mitte stark erhöht (Helm) oder man setzt einen besonderen Destillationsaufsatz auf, welcher nach MAX MÜLLER\* die in der Figur 401 gezeichnete Form hat. Die Dämpfe treten durch *B* in den circa 70 cm fassenden Raum *A* ein, geben dort das Spritzwasser ab und gehen durch *F* zum Kühler. Die in *A* gesammelten Spritzwässer gehen durch *C*, den kurzen Schlauch *E*, und das enge, bis auf den Boden des Destillierkolbens reichende Glasrohr *D* in den Kolben zurück.

Eine andere Form empfiehlt DE KONINCK\*\*, dieselbe ist in Figur 402—403 abgebildet. Der untere Teil des ganz aus Glas geblasenen Apparats ist durch einen Kork auf der Destillationsflasche befestigt. Die Dämpfe treten durch die seitliche Öffnung *a* ein. Die niedergeschlagene Flüssigkeit tropft unten durch die ausgezogene Spitze

\* Zeitschrift für angewandte Chemie 1893, S. 229. — Chem. Centr.-Blatt 1893, II, S. 229.

\*\* Zeitschrift für angewandte Chemie 1893, S. 394. — Chem. Centr.-Blatt 1893, II, S. 344.



in den Ballon zurück. Die Dämpfe entweichen dann durch das Rohr *c* und *f*, während mitgerissene Tropfen durch *d* zurückgeführt werden. Der obere Teil kann auch so geformt sein, daß sich ein Thermometer *g* (Fig. 403) einsetzen läßt.

Soll in der Destillationsflasche ein konstantes Niveau der Flüssigkeit erhalten werden, so benutzt man hierzu mit Vorteil den Apparat von CHORLEY\* (Fig. 404). Der Kugeltrichter, welcher auf den Kolben aufgesetzt wird, ist unten in eine Röhre verlängert, in welche das Glasrohr eines Schwimmers eingesteckt ist. Das Rohr hat nach oben eine geschliffene Spitze, welche in eine gleichfalls geschliffene Spitze des äußeren

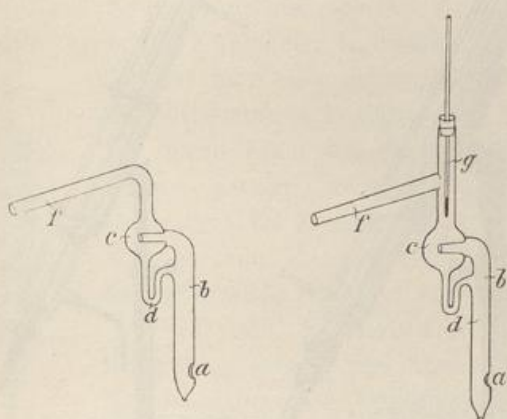


Fig. 402—403. Destillationsaufsatz  
nach DE KONINCK.

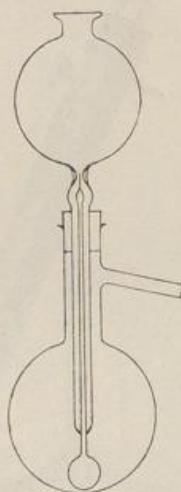


Fig. 404. Destillationsapparat  
nach CHORLEY.

Rohrs hineingedrückt wird, so daß das Niveau die richtige Höhe hat. Beim Sinken des Flüssigkeitsspiegels fließt sofort eine entsprechende Flüssigkeitsmenge nach.

**2. Das Kühlrohr** ist meistens nichts anderes als ein entsprechend langes, nicht zu enges, gerades Glasrohr, welches mit einer geeigneten Vorrichtung zur Abkühlung versehen ist. Es wird schräg über den Retortenhals geschoben, wenn nötig damit verbunden (s. unten Vorstöße). Am einfachsten erreicht man die Abkühlung durch einen spiralförmig um das Rohr gewundenen Streifen von Filtrierpapier, welcher an seinem unteren Ende mit einem einfachen, baumwollenen Dochte umwickelt ist, dessen Ende herabhängt. Damit dieser gut vom Wasser benetzt werde, ist er vorher mit sehr verdünnter Kalilauge ausgekocht, und damit das Wasser

\* *The Analyst*, Bd. 29, S. 16. — *Chem. Centr.-Blatt* 1895, I, S. 579.



nicht über diesen Docht hinab-, sondern nur an ihm hinunterfließt, um von da in das untergesetzte Gefäß zu gelangen, ist das unterste Ende der Glasröhre mit Vaseline etwas eingefettet (Fig. 400). Um zu kühlen gießt man von Zeit zu Zeit auf die obersten Stellen der mit Papier umwickelten Röhre kaltes Wasser auf, oder läßt solches aus einem Wassergefäß mittelst eines Hahnes auftropfen und reguliert den Wasserstrom nach Bedarf.

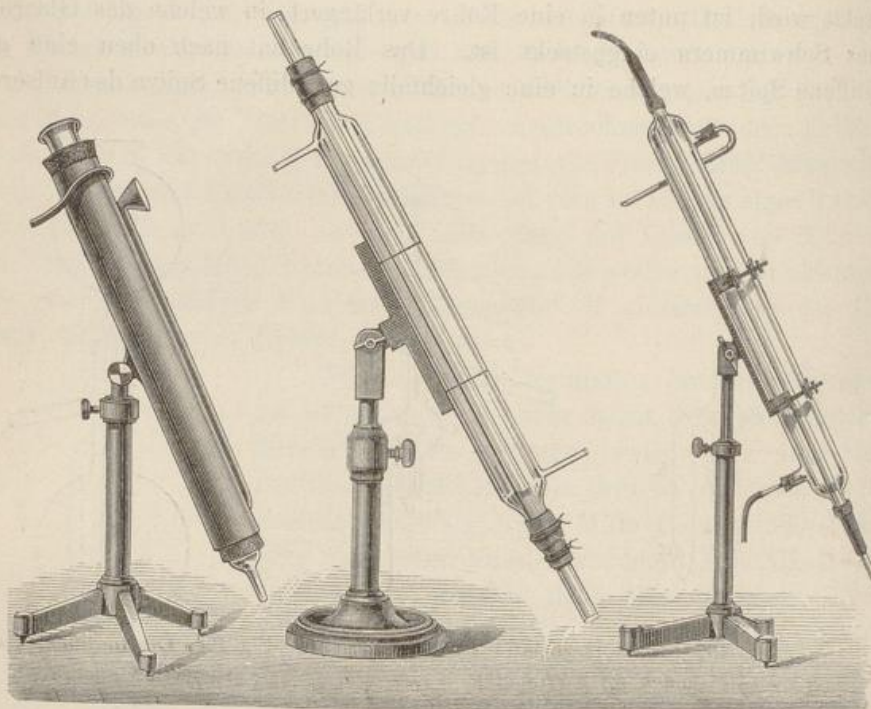


Fig. 405.

Fig. 406.

Fig. 407.

Kühlapparate.

Größere Bequemlichkeit gewährt die Benutzung des sogenannten LIEBIG'schen Kühlapparats (Fig. 405). Das gläserne Kühlrohr ist hier von einem weiteren Blechcylinder umgeben, zwischen welchem kaltes Wasser zirkulieren kann. Das Einflußrohr für letzteres mündet unten und ist durch ein schräg aufsteigendes Trichterrohr hinreichend verlängert. Das Abflußrohr für das warme Wasser geht von der obersten Stelle aus. Die Vorrichtung steht auf einem Stativ und läßt sich um eine horizontale Achse in jede beliebige Neigung bringen. — Andere Formen des Kühlapparats sind ganz aus Glas (Fig. 406 und 407).

Wenn es darauf ankommt, die aus einer siedenden Flüssigkeit sich entwickelnden Dämpfe nach ihrer Kondensation wieder in das Siedegefäß



zurückfließen zu lassen, bedient man sich eines Rückflusskühlers, der eigentlich nichts anderes ist, als ein gewöhnliches Kühlrohr, welches man aber nicht mit seinem oberen, sondern mit seinem unteren Ende mit dem Siedegefäß verbindet, indem man es in der Regel in senkrechter Stellung mittels eines durchbohrten Korks direkt aufsetzt. Man verwendet zu solchen Zwecken mit Vorliebe gläserne Apparate wie Figur 406 und 407, mit oder ohne Stativ. Sie bestehen aus einem nicht zu weiten, dünnwandigen Glasrohr, um welches ein weiteres angeschmolzen ist: aus dem Raum zwischen beiden zweigt sich oben und unten ein kurzes Glasrohr ab, welches für den Wasserzufluß und -abfluß bestimmt ist. Man läßt mittels eines Kautschukschlauchs kaltes Wasser durch den hohlen Zwischenraum fließen. Dasselbe tritt unten ein und fließt oben ab.

Durch Erweiterung des inneren Kühlrohrs zu mehreren (meist vier) Kugeln wird die Kühlfläche bedeutend vergrößert, und die Länge des



Fig. 408.  
Kugelkühler.

Kühlers läßt sich demnach vermindern, ohne daß die Wirksamkeit beeinträchtigt wird. Wird er in der durch Figur 408 dargestellten Form auf einen Kolben gesetzt, so wirkt er als Rückflusskühler. Dem gleichen Zwecke dient auch der verkürzte Kühler von ZAMBELLI (Fig. 409), bei dem das dampfführende Kühlrohr spiralförmig gewunden ist.

Soll eine Flüssigkeit abwechselnd am Rückflusskühler erhitzt und dann wie gewöhnlich unter Kondensation der Dämpfe destilliert werden, so muß man den Kühler wechseln. Dies läßt sich sehr bequem durch Anwendung eines Wechselapparats für Kühler erreichen, wie ihn BIDET\* konstruiert hat. Derselbe ist in Figur 410 abgebildet. Er besteht aus einem äußeren Glasrohr, welches unten schräg abgeschnitten ist und oben in gleicher Höhe zwei Ansätze *D* und *R* hat. *R* ist trichterförmig erweitert und trägt einen Rückflusskühler, *D* ist mit einem gewöhnlichen Kühler verbunden. Im Innern der Röhre gleitet mit gelinder Reibung eine zweite kürzere Röhre *J*, die an ihrem unteren Ende eine seitliche Öffnung *O* trägt. Beide Röhren sind durch einen Kautschukring verbunden. Durch den Kautschukstöpsel, der *J* schließt, ist ein Trichterrohr, ein Thermometer oder sonstiger Hilfsapparat geführt. Der ganze Apparat wird nun auf den Kolben gesetzt, in dem sich die zu destillierende Flüssigkeit befindet und man kann dann durch Drehung der Röhre *J* den Inhalt



Fig. 409.  
Verkürzter  
Kühler von  
ZAMBELLI.

\* Chem. Centr.-Blatt 1894, I, S. 708.

ARENDT, Technik. 3. Aufl.



des Destillierkolbens entweder wie in der Figur mit dem aufsteigenden oder mit dem absteigenden Kühler in Verbindung bringen, je nachdem die Öffnung *O* nach dieser oder jener Seite gedreht wird.

Noch einfacher wird der gleiche Zweck erreicht, wenn man sich des Umschalters für Rückfluß und Destillation nach MANGOLD\* bedient (Fig. 411). Der gerade Vorstoß *B*, der auf das Destillationsgefäß gesetzt wird, trägt auch hier zwei Ansatzröhren *D* und *N* für die beiden

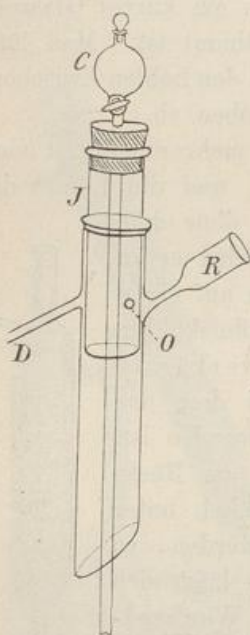


Fig. 410. Wechselapparat für Kühler von BIDET.

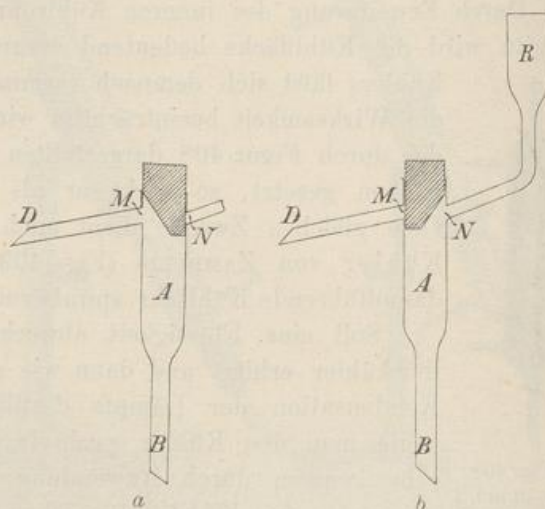


Fig. 411. Umschalter für Rückfluß und Destillation nach MANGOLD.

Kühler. In *R* wird ein Rückflußkühler gesetzt und *D* mit einem gewöhnlichen Kühler verbunden. In die obere Öffnung von *A* wird ein gut schließender, sich leicht drehender Kork, der unten schräg abgeschnitten ist, eingesetzt, welcher durch einfache Drehung entweder die Öffnung *M* (beim Erhitzen unter Rückfluß) oder die Öffnung *N* (beim Destillieren) verschließt.

Bei allen Kühlapparaten muß man den Wasserstrom so regeln, daß das Rohr seiner ganzen Länge nach kühl bleibt; daher darf das Wasser höchstens lauwarm oben abfließen.

\* *Zeitschrift für angewandte Chemie* 1895, S. 159. — *Chem. Centr.-Blatt* 1895, I, S. 988.



Während bei den eben beschriebenen Apparaten der Dampfstrom von außen abgekühlt wird, hat man auch Kühlröhren, bei denen die Abkühlung von innen erfolgt, während der Dampf die äußere Wandung des Kühlrohrs umgiebt. Dieses Prinzip ist zuerst im Jahre 1881 von JOH. WALTER angegeben und später von diesem, sowie von anderen Chemikern (WINSSINGER 1883, KREUSSLER 1884 und anderen) weiter verfolgt und in den verschiedensten Formen zur Anwendung gebracht worden. Es kann sowohl für Kühlröhren bei Destillierapparaten, als auch für Rückfluskkühler angewendet werden.

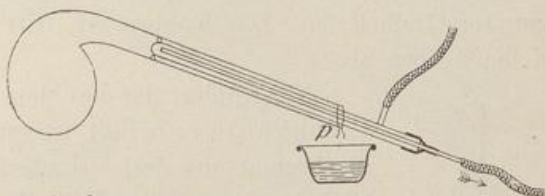


Fig. 412.

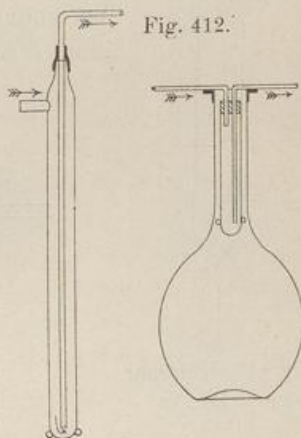


Fig. 413—414.

Kühlapparate nach WALTER.

Bei den WALTER'schen Apparaten\* ist der Hauptteil ein kürzeres oder längeres Glasrohr, an einem Ende zugeschmolzen und am anderen Ende mit verjüngter Öffnung. In letztere ist ein dicht hineinpassendes engeres Glasrohr gesetzt, welches mit jenem durch ein kurzes Stück übergeschobenen Kautschukschlauchs verbunden ist (Fig. 413). An diesem Ende ist ein seitliches Ansatzrohr angeschmolzen, durch welches das Kühlwasser eintritt. Dasselbe nimmt seinen Weg durch die weite Röhre und fließt aus der engeren ab. Die Länge des ganzen Rohrs richtet sich nach dem Zweck, welchem es dienen soll. Soll aus einer Retorte destilliert werden (Fig. 412), so schiebt man das Rohr von unten in den offenen Hals. Damit es sich auf der einen Seite nicht dicht an die Wand des Halses anlegt, sind einige Glaströpfchen angeschmolzen. Das Destillat fließt frei aus der Retorte aus, ohne mit Kautschuk oder Kork oder anderen Materialien in Berührung zu kommen. Der Kühler ist an der Öffnung des Retortenhalses mit einem Platindraht *p* umwickelt, an welchem die Flüssigkeit in ein untergestelltes offenes Gefäß abtropft.

Besonders vorteilhaft läßt sich diese WALTER'sche Kühlröhre als Rückfluskkühler benutzen. Soll z. B. die eben beschriebene Retorte (Fig. 412) zum Digerieren von Flüssigkeiten unter Rückfluß benutzt werden, so wird der Hals derselben schräg nach oben gerichtet, und alles übrige

\* *Dingler's Polytechnisches Journal*, Bd. 251, S. 369. — *Chem. Centr.-Blatt* 1884, S. 370.



bleibt unverändert. Soll die Digestion in einem Kolben stattfinden, so verwendet man als Kühler ein längeres Probierglas, welches man oben mit einem doppelt durchbohrten Kork schließt und in diesen das kürzere und längere Glasrohr einführt, wie Figur 414 zeigt. Zum Gebrauch wird dasselbe zuerst, indem man es verkehrt hält, mit Wasser gefüllt und dann in richtiger Lage eingehängt.

Nach dem gleichen Prinzip ist auch der in Figur 415 dargestellte Rückflußkühler von POLLAK\* konstruiert, welcher ohne weiteres aus der Figur verständlich ist. Das Kühlwasser tritt auch hier von unten ein und fließt oben ab.

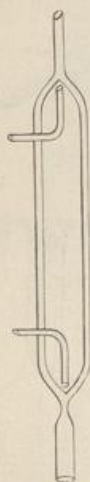


Fig. 415. Kühlrohr  
nach POLLAK.

Ein Kühler, der auf dem Prinzip der Außen- und Innenkühlung beruht, ist von FERD. EVERS\*\* konstruiert. Er besteht aus drei Cylindern, *a*, *h* und *i*. Der innere Cylinder *i* wird innerhalb des mittleren *h* durch kleine Verbindungsstücke *k* und *l* gehalten, durch welche der innere Kühlraum *m* mit dem äußeren *n* kommuniziert.

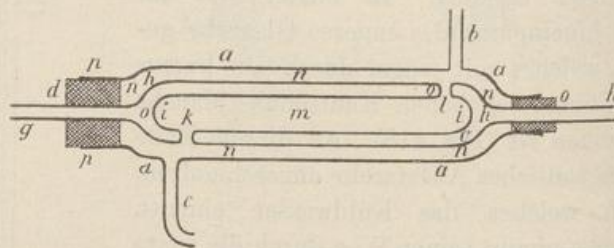


Fig. 416. Kühler  
nach EVERS.

Der mittlere, also mit dem innern zu einem Ganzen vereinigte Cylinder *h* ist mit seinen beiden verengten Enden durch die beiden durchbohrten Gummistöpsel *d* und *o* des äußern Cylinders geführt und kann aus letzterem bequem herausgenommen und bei etwaigem Zerspringen ersetzt werden. Das Kühlwasser tritt bei *b* ein, umspült den Cylinder *h* und dringt zugleich durch *l* in den Kühlraum *m*, aus welchem es durch *k* und *c* abfließt. Die zu kühlenden Dämpfe treten durch *g* in den zwischen den Cylindern *h* und *i* befindlichen Raum *o* ein und fließen am anderen Ende ab. Wegen seiner verstärkten Wirkung beansprucht dieser Kühler nur eine geringe Länge (etwa 30 cm) und ist besonders für Flüssigkeiten mit niedrigem Siedepunkt geeignet.

\* *Repert. der anal. Chemie*, Bd. 7, S. 287. — *Chem. Centr.-Blatt* 1887, S. 170.

\*\* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 24, S. 3950. — *Chem. Centr.-Blatt* 1892, I, S. 260.



Ein anderes Kühlrohr mit innerer Wasserzirkulation von A. BIDET\* zeigt Figur 417. Es besteht gewissermaßen aus einer engen doppelwandigen Glasglocke, die an ihrer Öffnung durch einen doppelt durchbohrten Kork

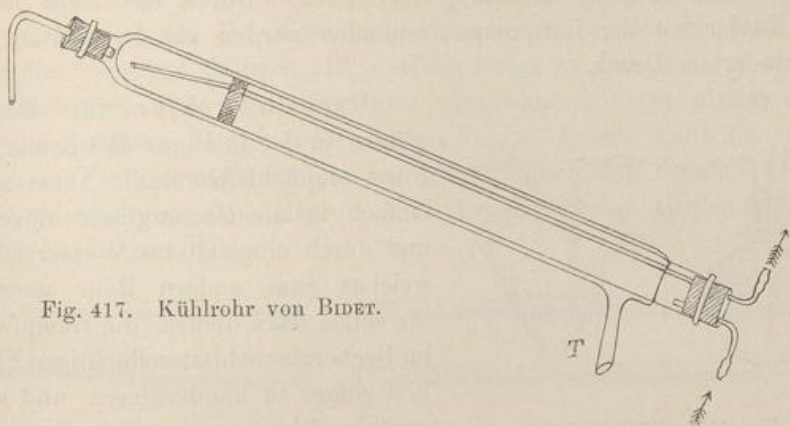


Fig. 417. Kühlrohr von BIDET.

verschlossen ist. Durch diesen sind die Röhren für den Ein- und Austritt des Kühlwassers geführt, während das Destillat oben einströmt und unten durch *T* abfließt.

Ein Kühler, bei dem das Kühlwasser nicht nur das Innere des Rohres füllt, sondern auch die Außenfläche ihrer ganzen Ausdehnung nach berieselt, ist von CRIPP\*\* empfohlen. Der Dampf tritt durch das Rohr *A* in den engen Kondensationsraum *B* zwischen den Röhren *C* und *D* ein; nach der Kondensation fließt das Destillat durch *E* ab. Das Kühlwasser läuft durch *F* auf den Boden von *C*, füllt dieses an und läuft bei *J* über, um an der Außenfläche von *D* herabzurieseln und durch das Rohr *G* abzufließen. Wird der Kühler als Rückfluskühler benutzt, so steigt der Dampf durch *E* auf; ist alle Luft aus *B* verdrängt, so kann *A* zur Vermeidung von Verlusten an flüchtigen Flüssigkeiten durch Kork verschlossen werden. Der Apparat muß selbstverständlich stets in vertikaler Stellung benutzt werden. Um eine gleichmäßige Benetzung von *D* durch Überlaufwasser zu erzielen, umgiebt man *D* mit Filtrierpapier oder Leinen. Der Kork *J* wird am Rand ringsum

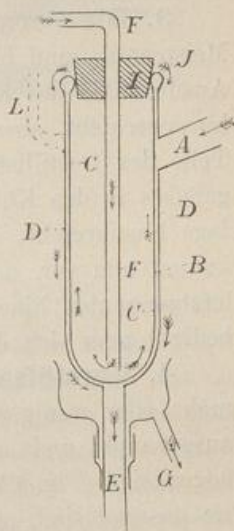


Fig. 418.  
Kühler von CRIPP.

\* *Comptes rendus de l'Acad. des. sc.*, Bd. 118, S. 479. — *Chem. Centr.-Blatt* 1894, I, S. 707.

\*\* *The Analyst*, Bd. 23, S. 119. — *Chem. Centr.-Blatt* 1898, II, S. 1.



eingekerbt, bei Metallkühlern durch eine Metallscheibe ersetzt. An Wirksamkeit soll dieser Kühler nicht allein den LIEBIG'schen, sondern auch den SOXHLET'schen Kugelkühler, bei dem der Kondensationsraum immer noch zu groß erscheint, übertreffen. Durch das Rohr *L* kann der Kühler mit der Luftpumpe verbunden werden zur Destillation unter vermindertem Druck.

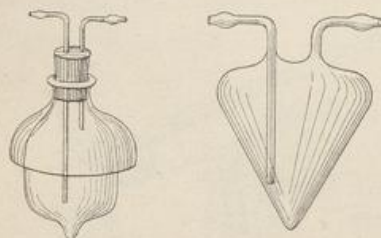


Fig. 419. Rückflusskühler nach GÖCKEL.

Rückflusskühler für Bechergläser in der in Figur 419 gezeichneten Form empfiehlt GÖCKEL\*. Diese werden einfach in die Bechergläser eingehängt und durch eingeleitetes Wasser gekühlt, welches zum andern Rohr ausströmt. Sie sollen dazu dienen, die Dämpfe einer im Becherglas erhitzten flüchtigen Flüssigkeit sofort zu kondensieren, und wieder zurückzuführen; man soll in dieser Weise selbst Äther und Petroleumäther stundenlang erhitzen können.

**3. Die Vorlage** ist dasjenige Gefäß, welches das Destillat aufnimmt. Meistenteils sind hier Bechergläser oder Kolben, welche man unter das Ausflussende des Kühlrohrs stellt, bezw. mit ihrem Hals über dasselbe hinwegscheidet, ausreichend. Beim Zusammenstellen der genannten drei Teile des Destillierapparats ist es nötig, daß der Hals des Destillationsgefäßes in das Kühlrohr und das Ausflussende des letzteren in die Vorlage hineinreicht, da sonst ein Abfluß des Destillats nicht erfolgt. Es kommt nun vor, daß die erstgenannten Röhren zu weit sind, um in die letztgenannten hineingebracht werden zu können. In einem solchen Falle bedient man sich der

**4. Vorstöße.** Dies sind Röhren, welche nach dem einen Ende hin mehr oder weniger stark verjüngt, auch wohl an der einen Seite etwas ausgebaucht und an dem engeren Ende in entsprechender Weise umbogen sind (Fig. 420 und 421). Man schiebt dieselben entweder, wenn sie passend sind, mit ihrem weiteren Ende über das eine Rohr und steckt ihr engeres in das andere hinein oder bedient sich dazu eines durchbohrten Korks. Will man auch an denjenigen Stellen, wo man keinen durchbohrten Kork benutzen kann, einen dampfdichten Verschluss haben, so umwickelt man die Stelle mit einem Streifen feuchter Blase (Schweinsblase), welchen man in lauwarmem Wasser gehörig einweicht, mit einem Tuche

\* Zeitschrift für angewandte Chemie 1899, S. 494. — Chem. Centr.-Blatt 1899, II, S. 2.



wieder abtrocknet und fest um die betreffende Stelle windet. Da, wo die glattgeschnittenen Ränder der Blase das Glas berühren, blättert dieselbe sich, wenn sie trocken wird, gern ab; um dies zu verhindern, schärft man, solange die Blase noch feucht ist, die Ränder mittels eines nicht zu scharfen Messers ab. Die Blase klebt dann wie angekittet am Glase fest. Wenn dies indes gut gelingen soll, darf sie weder zu naß, noch zu trocken sein; auch muß man beim Umwickeln vermeiden, daß zwei glattgeschnittene Blasenränder übereinander liegen, da in diesem Falle der obere nicht zum Festhalten zu bringen ist. Man wickelt den Streifen deshalb etwas spiralig um das Glasrohr. Einige Erfahrung wird hier leicht das Rechte zeigen.

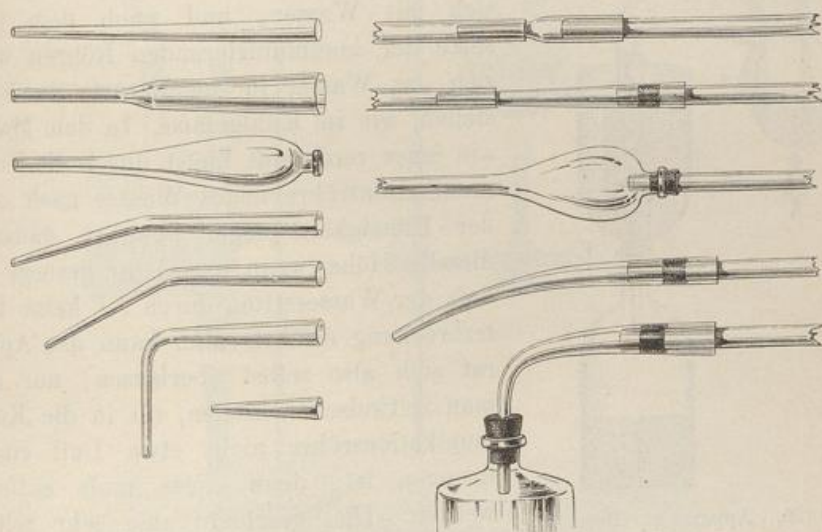


Fig. 420. Vorstöße und Verbindung derselben. Fig. 421.

Man Sorge vor allem dafür, daß der Apparat in allen seinen Teilen vollständig richtig und zuverlässig zusammengestellt ist, ehe man mit der Destillation beginnt; denn während derselben sind Schäden kaum ohne Nachteil oder Gefahr auszubessern. Ganz besonders vorsichtig verfähre man bei der Destillation von Flüssigkeiten, welche selbst brennbar sind oder brennbare Dämpfe entwickeln. Hierbei muß das Destillationsgefäß in ein Sand- oder Wasserbad gesetzt werden, damit im Falle eines Risses die auslaufende Flüssigkeit nicht gleich Feuer fängt und man Zeit hat, die Lampe zu verlöschen. Deshalb muß auch letztere immer so gestellt werden, daß man sie jeden Augenblick leicht ausdrehen kann. Auch Sorge man für einen genügenden Vorrat an Kühlwasser, um nicht vielleicht in die unangenehme Lage zu kommen, die Destillation, wenn sie im besten Gange ist, unterbrechen zu müssen.



Ein vollständig zusammengestellter Destillationsapparat mit Kühler und Vorlage, welcher nach KALECSINSZKY\* zur Bereitung von destilliertem Wasser geeignet und sich aus dem Kühlgefäße selbst speist, ist in Figur 422 abgebildet. Eine Retorte *A* mit Tubus ist mit dem spiralgewundenen Kühlrohr verbunden, das mit einem weiteren Glasgefäße *V* umgeben ist, durch welches das Kühlwasser kontinuierlich hindurchfließt. Die Retorte *A* ist zur Hälfte mit Wasser gefüllt. Durch den Tubus führt eine zweimal rechtwinklig gebogene Röhre, deren anderes Ende in das Kühlwasser taucht.

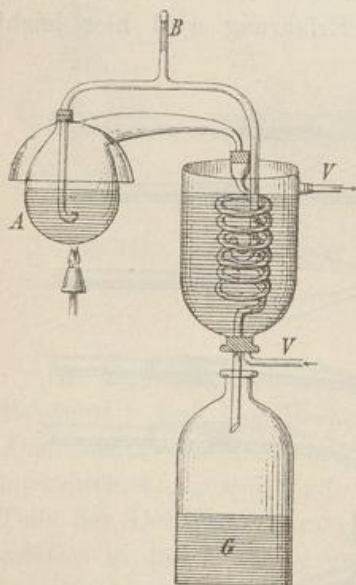


Fig. 422. Apparat zur Bereitung von destilliertem Wasser nach KALECSINSZKY.

Wird dieselbe bei *B* angesaugt und so gleich wieder verschlossen, so füllt sie sich mit Wasser, und nach dem Gesetze der kommunizierenden Röhren wird sich das Wasser in der Retorte so hoch stellen, wie im Kühlgefäße. In dem Maße, wie jenes verdampft fließt durch die Kommunikationsröhre neues Wasser nach, und der Flüssigkeitsspiegel bewahrt dauernd dieselbe Höhe, wenn nur dafür gesorgt ist, daß der Wasserstrom durch *VV* keine Unterbrechung erfährt. Man kann den Apparat sich also selbst überlassen, nur soll man zeitweise nachsehen, ob in die Kommunikationsröhre nicht etwa Luft eingedrungen ist, denn diese muß entfernt werden. Dies geschieht aber sehr selten, da die Enden der Röhre hinaufgebogen sind. Die Retorte ist oben gegen die Wärmeableitung geschützt.

**5. Destillation unter vermindertem Druck oder im Vakuum.** Da der Siedepunkt der Flüssigkeiten mit der Verminderung des Luftdrucks sinkt, so läßt sich dieser Umstand in gewissen Fällen mit Erfolg benutzen, um hochsiedende Flüssigkeiten bei niedrigerer Temperatur zu destillieren, als dies sonst möglich ist. Hierzu ist es nötig, alle Teile des Destillierapparats luftdicht miteinander zu verbinden, also namentlich auch die Vorlage mit dem Kühlrohr. Gut eignen sich dazu Vorstöße von der Form Figur 424, deren Hals man mittels eines Kautschukrings mit dem Kühlapparate, diesen mit der doppelt tubulierten Vorlage (Fig. 423) und letztere, unter Einschaltung eines Manometers, mit einer Wasser-

\* Chem. Centr.-Blatt 1891, I, S. 299.



Luftpumpe verbindet, um durch dieselbe im Innern des Apparats das Vakuum zu erhalten, oder falls man über eine solche nicht verfügt, durch ein etwa 1 m langes, senkrecht nach unten gehendes Glasrohr verlängert, dessen unteres offenes Ende in ein Gefäß mit Quecksilber taucht (Fig. 423). Im ersteren Falle setzt man, sobald die Destillation beginnen soll, die Luftpumpe in Thätigkeit, im letzteren Falle treibt man erst, ohne zu kühlen, durch die sich entwickelnden Dämpfe die Luft aus dem Apparat, gießt dann erst das Quecksilber in das untergesetzte Gefäß und setzt

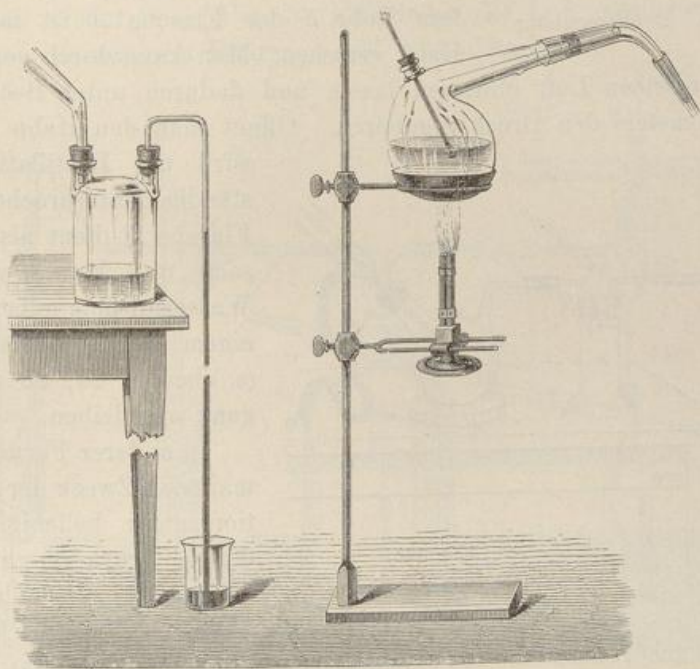


Fig. 423. Destillierapparate. Fig. 424.

den Kühlapparat in Thätigkeit. Das Quecksilber steigt in dem senkrechten Rohre so weit in die Höhe, als dem verminderten Dampfdrucke im Innern des Apparates entspricht. Das Quecksilberrohr dient hierbei zugleich als Manometer und unter Umständen auch als Sicherheitsrohr.

Regulierung des Drucks. Um bei Anwendung einer Luftpumpe den Druck im Innern des Destillationsapparats längere oder kürzere Zeit auf einer bestimmten Höhe zu erhalten, ist noch eine Regulierungsvorrichtung nötig, welche meist darauf beruht, dass man eine gewisse Menge Luft eintreten läßt, bis das Manometer den verlangten Druck zeigt. Dieses zuerst von *LOTHAR MEYER*\* im Jahre 1873 angegebene und zur

\* *Annalen der Chemie und Pharm.*, Bd. 165, S. 303.



Ausführung gebrachte Prinzip ist mit verschiedenen Abänderungen bei den folgenden Apparaten benutzt.

In sehr einfacher Weise wird nach MOSCHNER\* der Zweck dadurch erreicht, daß man zwischen Vorlage und Luftpumpe zwei WOULFE'sche Flaschen *A* und *B* (Fig. 425) einschaltet, die, wie die Abbildung zeigt, miteinander verbunden sind. Das Rohr *a* führt zur Vorlage und *b* zum Manometer bzw. Wasserluftpumpe. Das mittlere Rohr *h* der Flasche *A* ist mit einem Hahn versehen. Man kann durch vorsichtiges

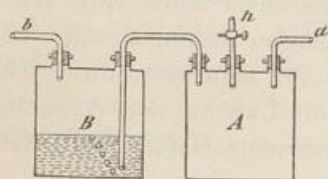


Fig. 425. Druckregulator.

Öffnen desselben Luft eintreten lassen und dadurch unter Beobachtung des Manometers den Druck regulieren. Öffnet man den Hahn ganz, so

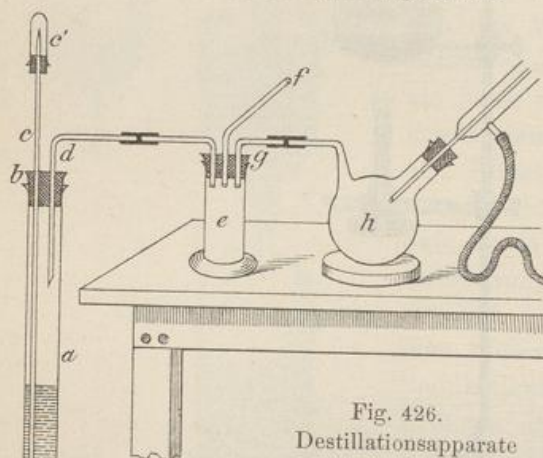


Fig. 426.  
Destillationsapparate  
nach GARZINO.

wird die Destillation vollständig unterbrochen. Die Flasche *B* dient als Wassersack und kann, wenn die Wasserluftpumpe bereits mit einem solchen versehen ist (s. oben S. 86, 88 und 93), ganz wegbleiben.

In anderer Form erreicht man den Zweck der Destillation unter beliebig vermindertem Druck durch die von GARZINO\*\* empfohlene Zusammenstellung der Apparate.

Es gehört dazu eine starkwandige, ungefähr 1,3 m lange Glasröhre von ungefähr 25 mm Durchmesser *a* (Fig. 426); *b* ist ein an beiden Enden offenes, oben zu einer kapillaren Spitze verengtes Glasrohr, es ist etwa 2 m lang und durch die eine Öffnung des durchbohrten Korks *bd* gesteckt, in welchem es sich mit leichter Reibung auf- und abführen läßt, oben ist es mit einer kleinen Glasglocke *c'* bedeckt, welche durch einen mit zwei Durchbohrungen versehenen Gummistöpsel geschlossen ist. Eine zweite Röhre *d* hat denselben Durchmesser wie *c*, ist winkelförmig gebogen und mit dem einen Schenkel durch die zweite Durchbohrung des Gummistöpsels *b* geführt. Ihr unteres Ende ist ebenfalls kapillär ausgezogen, *e* ist ein Glas, mit einem dreifach durchbohrten Stöpsel geschlossen. Das Rohr *f* führt nach der Luftpumpe,

\* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 12, S. 1243. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 1375.

\*\* *Annali di Chim. e di Farm.*, Bd. 17, S. 20. — *Chem. Centr.-Blatt* 1893, I, S. 681.



*g* und *h* sind selbstverständlich Zu- und Ableitungsröhren. Man bringt nach *a* soviel Quecksilber, daß man ungefähr eine bekannte Höhe von 765 mm hat. Soll der Apparat in Thätigkeit gesetzt werden, so taucht man das Rohr *c* in das Quecksilber von *a* um soviel Millimeter ein, als der Unterschied zwischen dem Barometerdruck und der gewünschten Druckverminderung beträgt. Beim Evakuieren mit der Pumpe wird natürlich das Quecksilber in *c*, das anfänglich mit dem Hg in *a* gleiche Oberfläche hatte, sinken. Sinkt der Druck im Innern des Apparats unter den gewollten, so dringt Luft aus *c* durch die Quecksilbersäule in *a* in das Innere des Apparats und stellt den Druck wieder her. Um das Eindringen der Luft möglichst langsam zu machen, müssen die Röhren *c* und *d* kapillär enden.

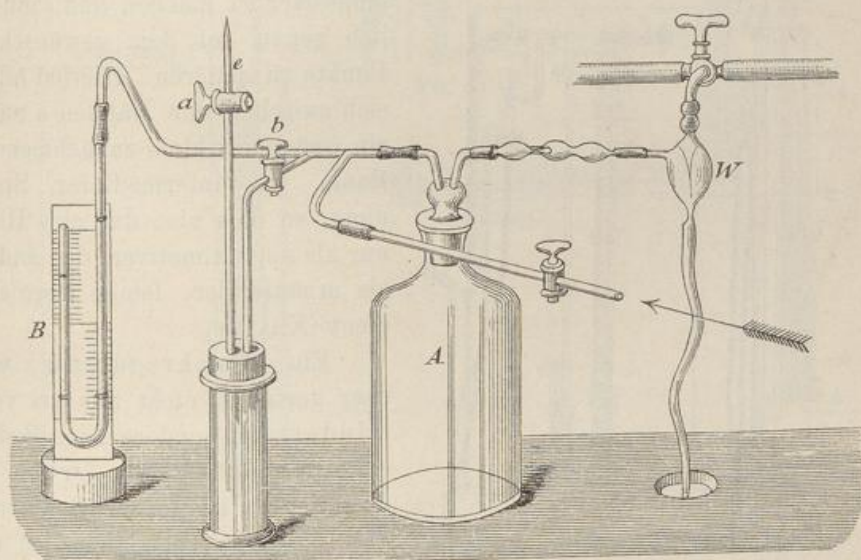


Fig. 427. Druckregulator nach KRAFFT.

In weit vollkommener Weise bewirkt man die Druckregulierung nach KRAFFT\* durch den in Figur 427 abgebildeten Apparat. *W* ist die Wasserluftpumpe und *A* eine starkwandige Flasche, welche hinreichend groß ist, um etwa vorkommende Unregelmäßigkeiten im Gange der Luftpumpe auszugleichen, also gewissermaßen als „Vakuumreservoir“ dient. Sie ist 1. mit dem auszupumpenden Apparat, welcher durch den Pfeil angedeutet ist, 2. durch den Hahn *b* mit einem kleinen Gefäß, in dessen Stöpsel noch ein zweites Rohr *e* mit fein ausgezogener Spitze und Glashahn *a* eingesetzt ist, und 3. mit dem Manometer *B* verbunden. Die

\* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 15, S. 1693 und Bd. 22, S. 819.  
— *Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 657.



Hähne *a* und *b* sind für die Regulierung und Einstellung des Drucks bestimmt. Soll eine Druckeinstellung bewirkt werden, so setzt man nach gehöriger Verbindung aller Teile des Apparats die Pumpe in Thätigkeit und läßt sie so lange arbeiten, bis der Druck einige Centimeter unter den gewünschten Stand gesunken ist. Dann öffnet man den Hahn *b* ganz und *a* so weit, daß das Quecksilber im Manometer allmählich sinkt und unter den gewollten Stand zu sinken droht. Ehe dies jedoch geschieht, ver-

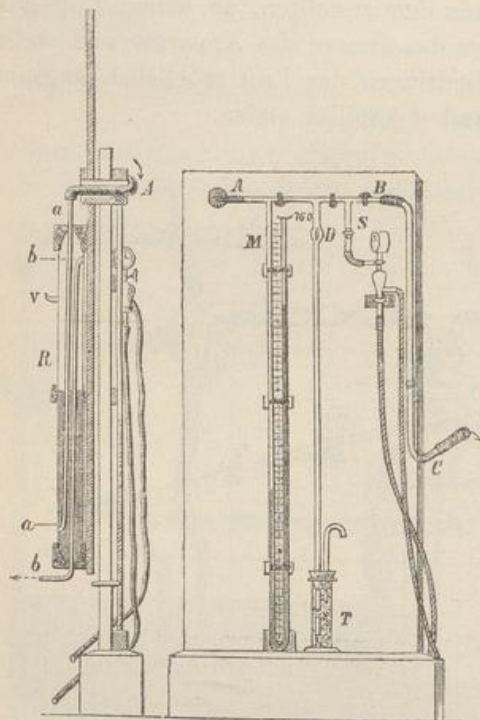


Fig. 428.

Fig. 429.

Druckregulator nach STÄDEL und HAHN.

ringert man durch partielles Schließen von *b* den Luftstrom wieder, so viel als nötig ist, um das Sinken des Quecksilbers immer langsamer zu machen und schließlich genau bei dem gewünschten Punkte zu sistieren. Hierbei bildet sich zwischen den Hähnen *a* und *b* ein (möglichst klein zu nehmender) Raum von intermediärer Spannung, so daß also der eine Hahn nur als approximativer, der andere als ergänzender, feiner Regulator dient (KRAFFT).

Ein Druckregulator, welcher gestattet, nicht nur bei vermindertem, sondern nach Bedarf auch bei erhöhtem Druck zu destillieren, ist (unter Benutzung des L. MEYER'schen Prinzips) von STÄDEL und HAHN\* konstruiert und in Figur 428—432 abgebildet. Nach der Beschreibung der Genannten ist er folgendermaßen eingerichtet. An einem etwa 90 cm hohen und 40 cm breiten, vertikal stehenden und in einen soliden Fuß eingelassenen Brett befindet sich auf dessen Vorderseite (Fig. 428 und 429) ein Röhrensystem mit Hähnen und Manometer, während auf der Rückseite desselben (Fig. 430) der eigentliche Druckregulator angebracht ist. Dieser Teil des Apparats ist eine von OTTO SCHUMANN ersonnene Modifikation des oben erwähnten L. MEYER'schen Druckregulators. Figur 429 zeigt am oberen Ende des Bretts eine auf mit Kautschuk überzogenem

\* *Annalen der Chemie und Pharm.*, Bd. 195, S. 218. — *Chem. Centr.-Blatt* 1879, S. 305.



Haken ruhende Glasröhre  $AB$  von etwa 1 cm Weite, an welche zwei Hahnröhren  $D$  zum Druckapparat und  $S$  zum Saugapparat und ein Manometer  $M$  angeschmolzen sind. Von  $B$  führt eine Röhre  $BC$  zur Vorlage des Destillationsapparats. Der erforderliche Druck wird in einem Kohlensäureapparate erzeugt, welcher zunächst mit dem Trockenapparate  $T$

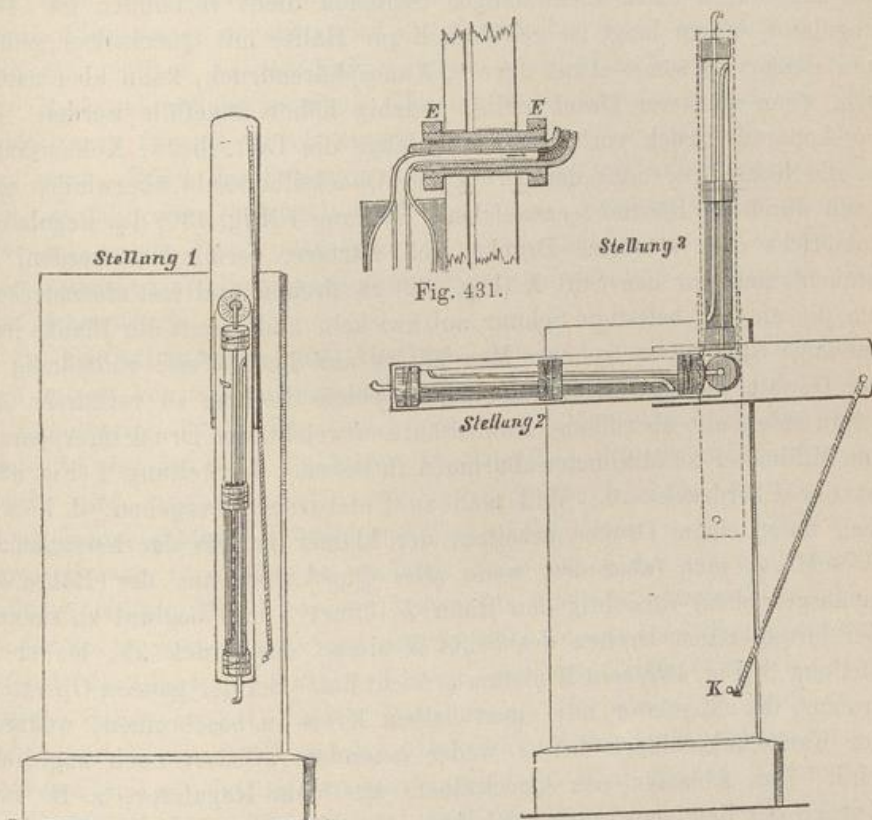


Fig. 430.

Fig. 432.

Druckregulator nach STÄDEL und HAHN.

durch einen kurzen dickwandigen Schlauch verbunden ist. Ist  $D$  geöffnet, während  $S$  geschlossen bleibt, so drückt die Kohlensäure durch  $D$  und  $AB$  während  $S$  geschlossen bleibt, so drückt die Kohlensäure durch  $D$  und  $AB$  in den Siedeapparat, zugleich in das Manometer, an dessen Millimetertheilung man den jeweiligen Druck genau ablesen kann und in den Regulator  $R$ , welchen Figur 428 von der Seite im Längendurchschnitte repräsentiert. Dieser besteht in einem 2,5 cm weiten Glasrohre, in dessen Enden zwei enge Röhren  $aa$  und  $bb$  (beiderseits offen) derart eingeschmolzen sind, daß sie innen nebeneinander stehend mit ihren seitlichen Öffnungen an den anderen Enden der Glaswandung ziemlich dicht anliegen, während



sie außen hakenförmig herausragen. Dieser Apparat ist mittels angeklebter Korkstückchen und Draht an einer  $1\frac{1}{2}$  mal so langen Planke unbeweglich festgemacht. Die Planke hat, wie auch das Stativbrett bei *A*, ein Loch, um einen 5—6 cm langen Holzcylinder *E* (Fig. 430) als Achse aufzunehmen, in dessen Inneres eines der hakenförmigen Röhrenden hineinragt und mit *AB* durch einen dickwandigen Schlauch dicht verbunden ist. Der Regulator, 60 cm lang, ist gewöhnlich zur Hälfte mit Quecksilber gefüllt und entspricht somit etwas über  $\frac{1}{3}$  Atmosphärendruck, kann aber natürlich, wenn stärkerer Druck nötig, beliebig höher angefüllt werden. Ist im Apparate Druck vorhanden, so gelangt die Luft, bezw. Kohlensäure, in die Röhre *aa*, muß den Druck der Quecksilbersäule überwinden und kann durch die Röhre *bb* entweichen. Stellung 1 (Fig. 430) des Regulators entspricht dem stärksten Drucke; soll letzterer vermindert werden, so braucht man nur den Stift *K* (Fig. 432) zu drehen und fest einzustecken, um die an ihm befestigte Schnur aufzuwickeln und damit der Planke jede beliebige Stellung zu geben. Man hat es auf diese Weise vollständig in der Gewalt, die Quecksilbersäule durch schiefe Stellung zu verkürzen und somit, indem alle überflüssige Kohlensäure entweicht, den Druck im Apparate von Millimeter zu Millimeter abnehmen zu lassen. In Stellung 2 (Fig. 432) ist der Überdruck = 0. Will man zu Unterdruck übergehen, d. h. will man unter einem Drucke arbeiten, der kleiner ist als der herrschende, so schließt man (aber erst wenn alles Quecksilber aus der Röhre *aa* hinausgetrieben) vorsichtig den Hahn *D*, öffnet *S* und beginnt zu saugen. Bei fortgesetztem Drehen des Stifts *K* nimmt der Druck ab, bis er in Stellung 3 (Fig. 432) sein Minimum erreicht hat. Bei der ganzen Operation braucht der Regulator nur einen halben Kreis zu beschreiben, wodurch der Kautschukschlauch bei *A* weder besonders affiziert noch zuge dreht wird. Das Ablassen des Quecksilbers aus dem Regulator, z. B. zum Zwecke des Reinigens, kann nach Abbrechen der feinen Spitze *v* (Fig. 428) durch die dadurch entstandene Öffnung bewerkstelligt werden. Alle Kautschukverbindungen bestehen aus sehr dickwandigen, geschmeidigen Schläuchen, die mit Leinölfirnis bestrichen (oder noch besser in diesem gekocht) und mit Bindfaden fest überbunden sind. Der Apparat ist, so konstruiert, nahezu vollkommen dicht; absolut dicht braucht er nicht zu sein, da bei Anwendung von Überdruck der Kohlensäureapparat beständig Gas entwickelt und Druck erzeugt, während bei Unterdruck die Saugpumpe ununterbrochen arbeitet. Die Hauptvorteile dieses Apparats sind die, daß man von Unterdruck zu Überdruck übergehen kann, ohne die Arbeit zu unterbrechen, und daß man den Druck auf der siedenden Flüssigkeit konstant erhalten oder beliebig variieren kann.

Ein selbstthätiger elektrischer Druckregulator wird von



PERKIN\* empfohlen. Die wesentlichen Teile desselben sind eine Barometeröhre, die in Verbindung mit dem zu evakuierenden Apparate steht, und ein Ventil, durch welches selbstthätig Luft zugelassen wird, wenn der Druck unter den vorgeschriebenen sinkt. Im oberen Teile des Barometerrohrs befindet sich eine Kupferstange mit Platinspitze, welche höher oder tiefer gestellt werden kann. Sobald das Quecksilber steigt und die Platinspitze berührt, wird ein elektrischer Strom geschlossen und das Ventil geöffnet, so daß Luft eintreten kann. Das Ventil besteht aus einer Glaskugel, welche in einem Glasring dicht schließend sitzt und bei geschlossenem Strome durch einen Elektromagnet aus der Öffnung gezogen wird. Wird der Strom durch Fallen des Quecksilbers wieder geöffnet, so fällt die Glaskugel durch ihr eigenes Gewicht wieder zurück. Selbst bei einem Druck von nur 60 mm gelingt es, denselben durch diesen Apparat auf einem konstanten Punkte zu erhalten mit weniger als 1 mm Schwankung.

**6. Fraktionierte Destillation.** Gemischte flüchtige Flüssigkeiten haben keinen konstanten Siedepunkt. Das Sieden beginnt etwas oberhalb der Temperatur des leichter flüchtigen und steigt allmählich bis zum Siedepunkt des schwerer flüchtigen Bestandteils. Die Schnelligkeit des Steigens wird durch die relative Menge derselben bedingt. Ist der Gehalt an jenem größer, so wird der Siedepunkt länger in der Nähe der unteren Grenze verweilen, im anderen Falle näher der oberen Grenze. Hierdurch ist ein Mittel gegeben, gemischte flüchtige Flüssigkeiten voneinander zu trennen, indem man mittels eines eingesenkten Thermometers (Fig. 424) destilliert und das Destillat in einzelnen Teilen (Fraktionen) auffängt, daher fraktionierte Destillation. Bei einem Gemisch von Alkohol und Wasser z. B. werden die ersten Teile des Destillats reich an Alkohol und die letzten fast nur Wasser sein. Eine absolute Trennung ist freilich auf diese Weise nicht möglich, da jede einzelne Fraktion wiederum ein Gemisch ist. Erst durch mehrmalige Wiederholung der Arbeit (Fraktionieren der einzelnen Fraktionen) gewinnt man reinere Destillate.

In vollkommener Weise wird die Trennung erreicht, wenn man den Apparat so einrichtet, daß ein Teil der verdichteten Dämpfe wieder in das Destillationsgefäß zurückfließen kann, was annähernd schon dadurch ermöglicht wird, daß man den Retortenhals schräg aufwärts richtet; innerhalb desselben verdichten sich dann vorzugsweise Teile der schwerer flüchtigen Flüssigkeit, welche zurückfließen, und in das Kühlrohr gelangen vorwiegend nur Teile der leichter siedenden. Demselben Zwecke genügt

\* *Chemical News*, Bd. 57, S. 247. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 992.



in sehr vorzüglicher Weise der in Figur 433 dargestellte Aufsatz. Diese von LINNEMANN angegebene Einrichtung ist eine Nachbildung der in der Spiritusfabrikation gebräuchlichen Rektifikationskolonnen (Dephlegmatoren) und besteht aus einem mit drei bauchigen Erweiterungen und einem seitlichen Abflußrohre versehenen Glasrohr, *A* oder *B*, das beiderseitig offen ist. Das unterste Ende wird mittelst eines durchbohrten Stöpsels auf das Destillationsgefäß, welches in diesem Falle die Form eines Kolbens hat, gesetzt und durch das obere ein Thermometer bis in

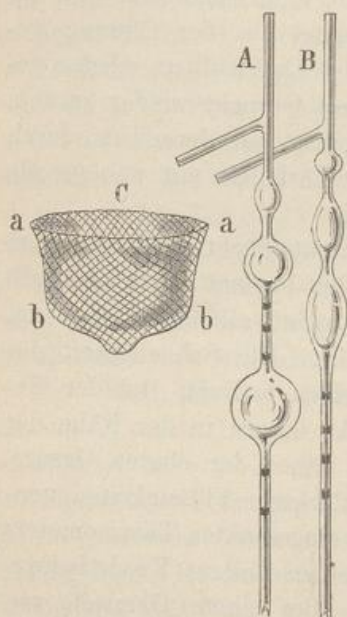


Fig. 433.  
Destillierapparat.

die oberste Erweiterung eingesenkt. Der seitliche Abfluß wird dann mit dem Kühlrohre verbunden. In dem cylindrischen Teile der Röhre sind, wie aus der Figur zu ersehen, übereinander mehrere kleine Näpfchen aus feinem Platindrahtnetz eingeschoben, wie solches in der Nebenfigur in vergrößertem Maßstabe abgebildet ist. Sie sind am oberen Rande *aa* etwas weiter als am unteren *bb* und halten sich, in das Glasrohr geschoben, federnd fest. Die Dämpfe des siedenden Flüssigkeitsgemisches müssen durch die Maschen des Drahtnetzes aufsteigen. Die schwerer flüchtigen Anteile kondensieren sich hier zum Teil durch Luftkühlung, füllen die Näpfchen mehr oder weniger an und fließen in das Destillationsgefäß zurück. Die Dämpfe der leichter flüchtigen Flüssigkeit haben deshalb keinen ganz freien Abzug, sondern müssen sich durch die in den Näpfchen enthaltene Flüssigkeitsmenge hindurcharbeiten,

wodurch sie mehr oder weniger vollständig von den schwerer flüchtigen Anteilen befreit werden. Das Thermometer in der oberen Kugel giebt dann genau den Siedepunkt des jeweilig übergehenden Destillats an.

Ein anderer Dephlegmator mit Drahtnetzen nach dem Prinzip von YOUNG und THOMAS\* ist in Figur 434 abgebildet. Ein Gasrohr von 18 mm innerem Durchmesser hat in Abständen von etwa 8 cm Einschnürungen, in die man, wie aus der Figur 435 hervorgeht, ein Platindrahtnetz mit gebogener Glasröhre einführt. Der Dampf durchströmt die kondensierte Flüssigkeit, welche sich auf dem Drahtnetz sammelt, und wenn die Flüssigkeit auf diesem eine gewisse Höhe erreicht hat, fließt

\* *Chem. News*, Bd. 71, S. 177. — *Chem. Centr.-Blatt* 1895, I, S. 1049.



sie durch die gebogenen Röhren ab. Deren Biegung ist so eingerichtet, daß sie nicht durch den Dampfdruck leergeblasen werden. Nach Beendigung der Destillation kann man den Dephlegmator durch einen kurzen scharfen Luftstrom von der Flüssigkeit befreien. Die Fraktionierung eines Gemenges von Benzol und Toluol gelingt unter Anwendung dieses Dephlegmators sehr schnell und vollständig.

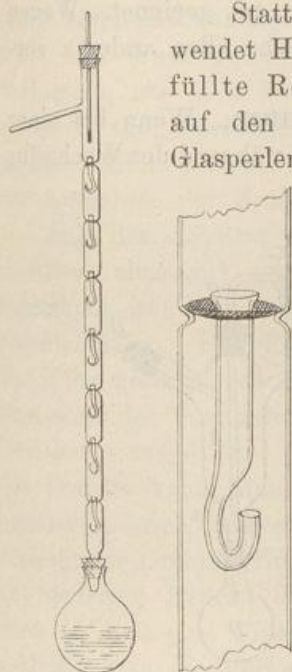


Fig. 434. Fig. 435.  
Dephlegmator nach  
Young und Thomas.

Statt dieser Aufsätze mit Platinkörbchen wendet HEMPEL\* eine mit Glasperlen gefüllte Röhre *b* (Fig. 436) an, welche man auf den Destillationskolben *a* aufsetzt. Die Glasperlen haben etwa 4 mm Durchmesser. *c* ist ein Dreiwegrohr, welches bei *d* mit einem Kühler in Verbindung gesetzt wird und bei *e* ein Thermometer trägt. Das Sieden in dem Kolben *a* muß so geregelt sein, daß in *b* eine genügende Kondensation durch Luftkühlung erfolgt. Der Apparat ist so wirksam, daß man mit ihm durch eine Destillation Alkohol von 18% bis auf 95% konzentrieren kann.

Gleiche Dienste leistet der in Figur 437 abgebildete Dephlegmator von NORTON und OTTEN.\*\* Sein Prinzip ist das umgekehrte, wie bei den Apparaten von LINNEMANN und HEMPEL, indem der Dampf-



Fig. 436.  
Dephlegmator  
nach HEMPEL.

strom nicht in eine innige Berührung mit der herabfließenden verdichteten Flüssigkeit gebracht, sondern davon gänzlich getrennt wird. Der Dampfstrom geht durch die gebogenen Röhren *EEE* von dem Destillationsgefäß in das erste Gefäß *C*, von da in das zweite *B* und zuletzt in das dritte *A*, ohne die verdichtete Flüssigkeit, die bei *DDD* herabtropft zu berühren. Der Durchmesser von *D* ist 2 mm, und die Kapillarität ist noch vermehrt durch einen Platindraht, welcher durch die Röhren *D* hindurchgeht.

Es wurden von den Erfindern mit diesem und den vorher beschriebenen Apparaten vergleichende Destillationen behufs Trennung gemischter

\* *Zeitschrift für anal. Chemie*, Bd. 20, S. 502. — *Chem. Centr.-Blatt* 1881, S. 811.

\*\* *American Chemical Journal*, Bd. 10, S. 62. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 1020.

ARENDET, Technik. 3. Aufl.



Flüssigkeiten gemacht, deren Siedepunkte einander sehr nahe liegen. Es ergab sich, daß keinem der drei Apparate ein absoluter Vorteil vor den beiden anderen gebührt. Der Apparat von NORTON und OTTEN wirkt am besten beim Siedepunkte des Methylalkohols ( $66^{\circ}$ ), der HEMPEL'sche bei dem des Acetons ( $56^{\circ}$ ), und der LINNEMANN'sche hat sich zur Reinigung des rohen Holzgeistes am besten bewährt. Für Trennung von Alkohol und Wasser sind alle drei Apparate gleich gut geeignet. Wegen der Einfachheit der Konstruktion ist der HEMPEL'sche allen anderen vorzuziehen.

**7. Fraktionierte Destillation im Vakuum.** Wenn bei einer fraktionierten Destillation unter vermindertem Druck während des Wechsels

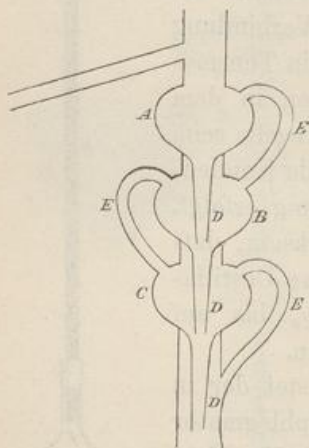


Fig. 437. Dephlegmator nach  
NORTON und OTTEN.

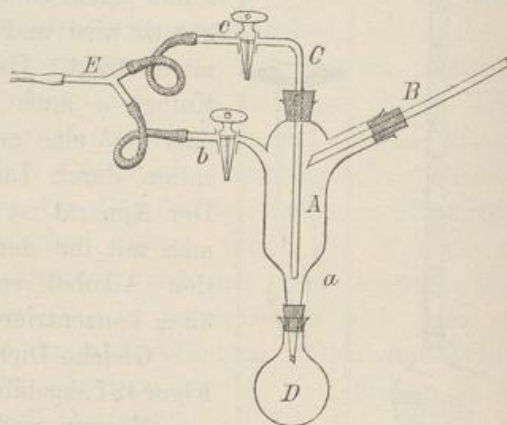


Fig. 438. Destillationsvorlage nach  
L. MEYER.

der Vorlage das Vakuum erhalten bleiben soll, sind Vorrichtungen nötig, welche dieses Auswechseln gestatten, ohne daß Luft in den Destillationsapparat tritt. Letzteres würde zu einer jedesmaligen Unterbrechung der Destillation führen. Zur Umgehung dieses Übelstandes sind sehr zahlreiche und verschiedene Mittel ausfindig gemacht worden, von denen hier nur einige der einfachsten und praktischsten angeführt werden sollen.

Nach LOTHAR MEYER\* wird der Zweck folgendermaßen erreicht. Das Gefäß A (Fig. 438) ist etwa 12 cm lang; es trägt ein etwa 16 mm weites schräg nach oben gerichtetes Ansatzrohr, welches mit dem unteren Ende des Kühlrohrs B verbunden ist. Die obere ebenfalls 16 mm weite Öffnung ist mit einem durchbohrten, sehr guten und weichen Kork ver-

\* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 20, S. 1833. — *Chem. Centr.-Blatt* 1887, S. 1070.



geschlossen, in welchem das gebogene Glasrohr *C* steckt und darin mit gelinder Reibung auf- und abgeschoben werden kann. Das unterste Ende der Röhre *C* kann auf diese Weise bis in den konisch verjüngten Teil *a* des Gefäßes *A* geschoben werden; es ist hier gut eingeschliffen und bewirkt einen guten Verschluss. Der horizontale Teil des Rohrs *C* trägt einen Dreiweghahn *c* und endigt in ein Schlauchstück, welches durch einen dickwandigen engen Kautschukschlauch (1—2 mm lichte Weite, 3—4 mm Wandstärke) mit dem einen Arme des gläsernen T-stücks *E* verbunden ist. Der zweite Arm führt durch einen gleichen Kautschukschlauch zum Dreiweghahn *b*, der dritte zum Manometer und zur Luftpumpe. An das untere konische Ende des Gefäßes *A* werden die Kölbchen zur Aufnahme der Fraktionen mittels Kork befestigt.

Soll der Apparat benutzt werden, so werden die Hähne *b* und *c*, nachdem alles gut zusammengesetzt ist, so gestellt, wie in der Figur gezeichnet ist, also so, daß *A* sowohl durch *c* als auch durch *b* mit *E* verbunden ist. Das Rohr *C* wird aus *a* etwas in die Höhe gezogen, so daß *A* mit *D* verbunden ist. Nun wird die Destillation in Gang gesetzt, und das Destillat sammelt sich in *D* an. Zur Regulierung des Drucks kann man, wenn nötig, den Hahn *b* benutzen, durch dessen Schwanzstück man mittels vorsichtiger Drehung Luft eintreten läßt, falls infolge zu niedrigen Drucks die Destillation zu stürmisch wird. — Soll eine Fraktion abgesondert werden, so schließt man die Vorlage *D* von dem Destillationsapparat ab, indem man das in *a* eingeschliffene Rohr herabdrückt. Das Destillat kann nun nicht mehr nach *D* fließen, sondern sammelt sich in *A* an. Um *D* von *A* abnehmen zu können, muß man zuvor den Hahn *c* so stellen, daß durch sein Schwanzstück Luft eintreten kann; hiernach läßt sich der Wechsel der Vorlage leicht bewirken. Die ganze Manipulation nimmt nur wenige Sekunden in Anspruch und die Destillation geht währenddessen ihren gleichmäßigen Gang.

Bei der Fraktioniervorlage von FUCHS,\* welche in Figur 439 abgebildet ist, sind alle Korkverbindungen vermieden. Das Rohr *C* ist mit dem Manometer und der Luftpumpe verbunden.

Die in der Figur gezeichnete Stellung der Hähne *A* und *B* ist die,

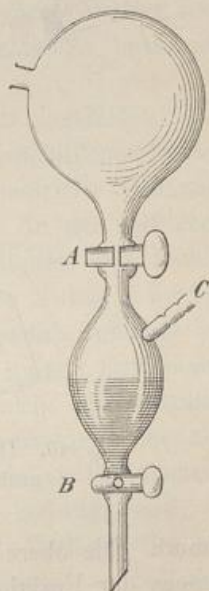


Fig. 439. Destillationsvorlage nach Fuchs.

\* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 14, S. 607. — *Chem. Centr.-Blatt* 1890, I, S. 1044.



welche während der Destillation einzuhalten ist: *A* ist geöffnet, *B* geschlossen. Das Destillat sammelt sich in der unteren Birne. Soll eine Fraktion abgelassen werden, so schließt man *A* und läßt von der Luftpumpe her durch Öffnung eines geeigneten Hahns Luft durch *C* eintreten. Nun kann man durch Öffnung des Hahns *B* das Destillat ausfließen lassen. Man schließt hierauf *B* wieder, evakuiert die untere Birne rasch und öffnet *A*, worauf die Destillation ihren ruhigen Fortgang

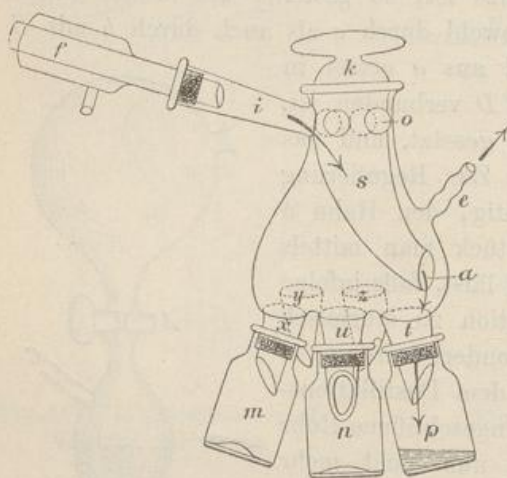


Fig. 440. Destillationsvorlage  
nach RAIKOW.

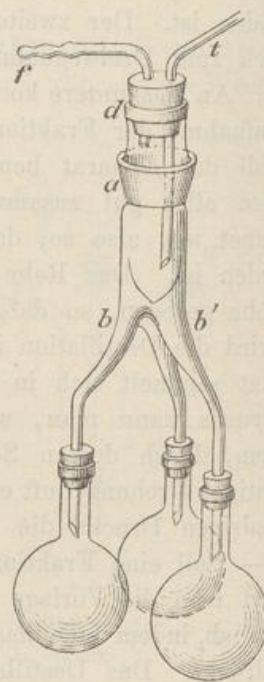


Fig. 441. Destillationsvorlage  
nach GAUTIER.

nimmt. Die obere Birne ist beträchtlich größer, damit während des Ablassens der Fraktion das Destillat sich darin ansammeln kann, ohne den Druck wesentlich zu verändern.

Bei den folgenden Apparaten wird die Teilung des Destillats in Fraktionen dadurch bewirkt, daß man die Ausflußöffnung des Kühlers durch Drehung eines besonders eingerichteten Vorstosfes der Reihe nach über die bereits daran befestigten Vorlagen bringt, ohne irgend einen Teil des Apparats zu öffnen.

Der Fraktioniervorstoß von RAIKOW\* hat die Gestalt einer

\* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 12, S. 694. — *Chem. Centr.-Blatt* 1888, S. 846.



Birne und wird mit dem Rohre *i* (Fig. 440) an dem unteren Ende des Kühlers befestigt. Er trägt unten fünf angeschmolzene kurze, am Ende schräg abgeschliffene Röhrchen *x, y, z, t, u*, an denen ebenso viele Flaschen *m, n, p* etc. durch Stöpsel luftdicht befestigt sind. In die obere weite Öffnung des Vorstofs ist ein gebogener hohler Glashahn *s* in Form eines Stöpsels luftdicht eingeschliffen, welcher durch seinen Griff *h* so gedreht werden kann, daß sich seine untere Öffnung *a* über jede der fünf Flaschen stellen läßt, wobei die fünf oberen Öffnungen *o* im oberen eingeschliffenen Teile des Hahns jedesmal genau auf die Öffnung der Röhre *i* passen. Das Rohr *e* wird mit dem Manometer und der Luftpumpe verbunden.

Dasselbe Prinzip ist bei dem Vorstofs von GAUTIER\* zur Anwendung gebracht. Das kurze weite Glasrohr *d* (Fig. 441) ist durch das Rohr *t* mit dem Kühlapparat und durch *f* mit der Luftpumpe verbunden und mit seinem unteren Ende in den Vorstofs *a* eingeschliffen. Es teilt sich unten in drei Abflußröhren *b, b',* an denen die Vorlagen befestigt sind. Durch Drehung von *a* um *d* lassen sich diese nacheinander unter die Ausflußöffnung des Rohrs *t* bringen.

BRÜHL's Fraktioniertvorlage\*\* ist in Figur 442 abgebildet. Der Glaszylinder *A* ist oben durch den gewölbten, gut eingeschliffenen Deckel *B* luftdicht verschließbar und hat ein seitlich angeschmolzenes Schlauchrohr *a*, welches mit der Luftpumpe verbunden wird. In den seitlichen Tubus *b* des Deckels kann mittels eines Kautschukstöpsels das Destillationsrohr *c* eingesetzt werden; und in dem mittleren Tubus *d* bewegt sich mit guter Dichtung ein mit Griff versehener Glasstab, welcher bis fast zum Boden des Cylinders *A* reicht. Er hat in einiger Entfernung von seinem unteren Ende eine Durchbohrung, in welche ein Querstift fest eingesetzt ist. An diesen kann mittels Bajonettverschluß eine aus Hartgummi angefertigte Röhre *f* angehängt werden, welche als Rezipientenhalter dient, indem an ihr zwei Scheiben *g* und *h* befestigt sind, in welche in 6 kreisförmigen Ausschnitten ebenso viele als Vorlagen für das Destillat dienende Probierröhrchen eingesetzt werden können. — Soll der Apparat in Gebrauch genommen werden, so wird der Glasstab *e*, an welchem der Deckel *B* und das Destillationsrohr *c* befestigt ist, in die Hülse *f* des mit den Probierröhrchen versehenen Rezipientenhalters eingesetzt und durch eine leichte Drehung im Bajonettverschluß damit in Verbindung gebracht. Dann streicht man den geschliffenen Rand des

\* *Bulletin de la soc. chimique de Paris* [3] Bd. 2, S. 675. — *Chem. Centr.-Blatt* 1890, I, S. 8.

\*\* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 21, S. 3339. — *Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 309.



Deckels mit Schmierwachs (1 Teil Wachs und 1 Teil Schweineschmalz) ein, führt ihn in den Cylinder *A* und drückt ihn in den ebenfalls gut eingefetteten Rand desselben ein. Man verbindet hierauf das Rohr *c* mit dem Kühlrohr und das Schlauchstück *a* mittels eines dickwandigen Kautschukschlauchs mit der Luftpumpe und kann nun, nachdem diese in Thätigkeit gesetzt worden ist, mit der Destillation beginnen. Der Wechsel der Vorlagen erfolgt einfach durch eine Drehung des Glasstabs *e* mittels seines Handgriffs, wobei eine Hebung zu vermeiden ist.

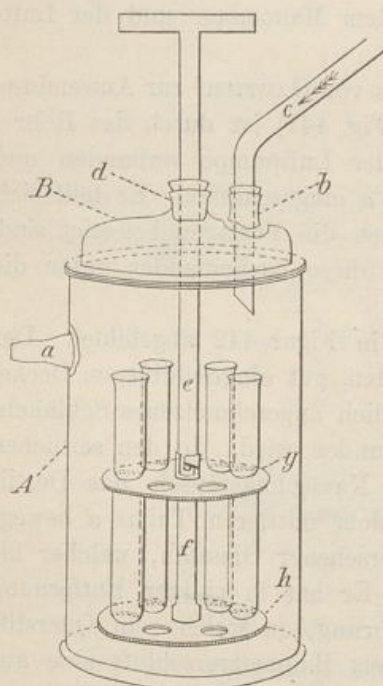


Fig. 442. Destillationsvorlage  
nach BRÜHL.

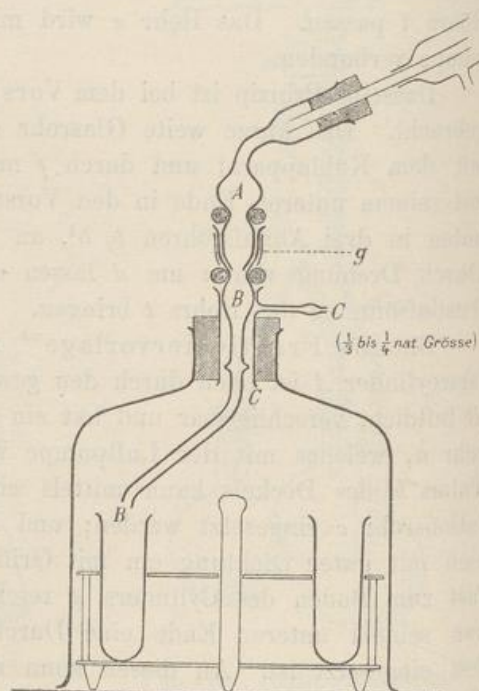


Fig. 443. Destillationsvorlage  
nach WISLICHENUS.

Diesen Apparat hat der Erfinder\* in neuerer Zeit eine etwas abgeänderte Form gegeben, indem die Röhre *c* nicht durch den Deckel, sondern durch einen an der Seitenwand der Glocke schräg angebrachten Tubus führt, so daß das Ende der schräg angesetzten Röhre genau über die Mündungen der Probiergläser zu stehen kommt. Der andere Tubus, der zur Luftpumpe führt, ist dicht über dem Boden der Glocke angesetzt.

Als eine Vereinfachung dieser Vorlage von BRÜHL ist die in Figur 443

\* *Lieb. Ann.*, Bd. 277, S. 177. — *Chem. Centr.-Blatt* 1894, I, S. 131.



abgebildete Vorrichtung von H. WISLICENUS\* zu betrachten, welche sich leicht auf den Hals einer gewöhnlichen tubulierten Glasglocke aufsetzen läßt. Sie besteht aus dem Vorstofs *A*, dem Drehrohr *B* und dem Saugrohr *C*. Letzteres ist in den die Glocke verschließenden Gummistöpsel eingesetzt und wird durch sein seitliches Ansatzrohr mit der Luftpumpe verbunden. Das Drehrohr *B* wird lose in *C* eingesetzt und hält sich durch seine beiden Erweiterungen, die als Führung dienen, in seiner Lage. Durch eingestrichenes dickes Schmierwachs und einen übergeschobenen massiven, weichen Kautschukring mit kreisrundem Querschnitt, welcher sich beim Saugen fest in den ausgebogenen Rand von *C* einlegt, wird es mit *C* vollkommen dicht verbunden. Der Vorstofs *A* legt sich (mit Schmierwachs bestrichen) in die obere glockenförmige Erweiterung von *B* ein und ist gleichfalls durch einen Kautschukring gedichtet. Das übrige ist aus der Figur ersichtlich. Soll die Vorlage gewechselt werden, so kann der ganze Apparat ruhig stehen bleiben: es ist nur nötig, dem Rohr *B* die richtige Drehung zu erteilen, was, wenn alles gut eingefettet und über den oberen glockenförmig erweiterten Teil von *B* überdies noch ein kurzes Stück Kautschukschlauch *g* geschoben ist, sehr gleichförmig ausgeführt werden kann. Gut ist es, über den krummen Vorstofs *A* und den Saugansatz von *C* anfangs ein Gummiband zu legen, bis das ganze System durch Saugen genügend fest zusammengehalten ist.

In etwas anderer, aber nicht minder einfacher Weise wird nach H. SCHULZ\*\* das Auswechseln der Fraktionierungsvorlagen mittels des in Figur 444 abgebildeten Apparats bewirkt. Bei diesem ist nicht, wie bei dem vorher beschriebenen, das Abtropfrohr, sondern die Glocke *A* der drehbare Teil. Sie steht auf einer Platte, welche sich auf dem Zapfen *a* herumbewegen läßt. Auf den Tubulus der Glocke ist eine eigentümlich geformte Birne (s. auch Fig. 445) mittels eines kurzen Stücks starkwandigen Kautschukschlauchs luftdicht und drehbar aufgesetzt. Sie ist durch *c* mit dem Kühlrohr *k* und durch *d* mit der Luftpumpe verbunden. Das Rohr *d* ist durch die Birne hindurchgeführt und mündet dicht über dem Glockenhals in der Ebene *aa* wieder nach außen. Der Innenraum der Glocke steht also dauernd mit der Luftpumpe in Verbindung, und das Destillat kann ungehindert durch *e* abfließen. Unter *e* sind mehrere Bechergläser im Kreise aufgestellt. Das Auswechseln derselben erfolgt, indem man die Fußplatte dreht, wobei die Birne *B* in ihrer Lage verbleibt.

\* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 23, S. 3293. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891, I, S. 1.

\*\* *Berichte der Deutschen chem. Gesellschaft*, Bd. 23, S. 3568. — *Chem. Centr.-Blatt* 1891, I, S. 297.



Wenn das Destillat so beschaffen ist, daß es in der Vorlage erstarrt, so muß es, um fraktioniert zu werden, durch Erwärmung derselben flüssig gehalten werden. Hierzu eignet sich der Vorstoß von VALENTA,\* welcher in Figur 446 abgebildet ist. Er hat die Form eines nach unten verjüngten Cylinders *D*, ist dort mit einem Dreiweghahn *a* nebst Abflußrohr versehen, oben geschlossen und doppelt tubuliert. Durch den einen Tubulus wird das Kühlrohr *C*, welches durch den Aufsatz *B* mit dem Destillationskolben *A* verbunden ist, eingeführt, und der andere durch

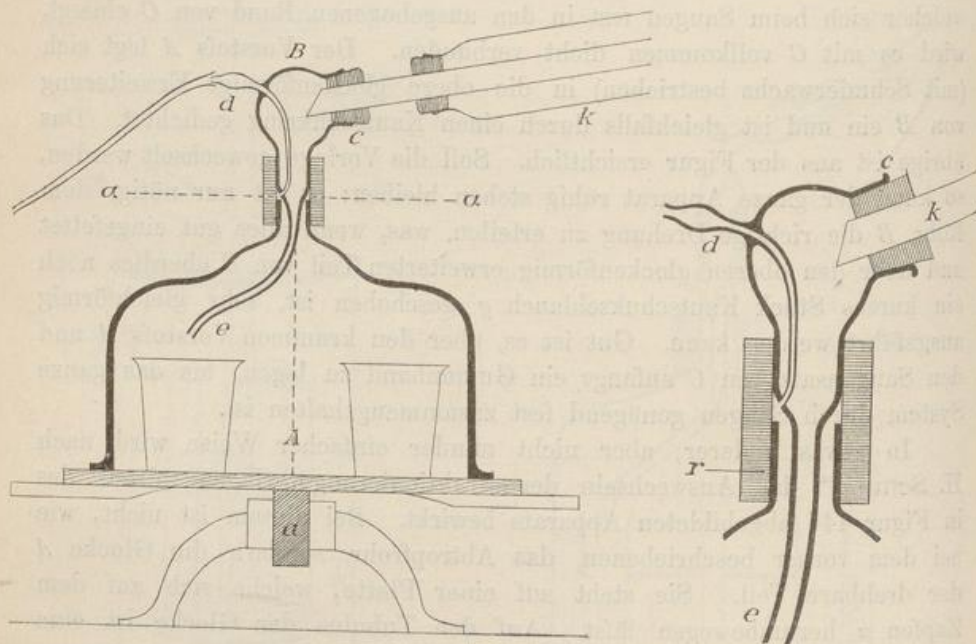


Fig. 444. Fraktionierungsvorlage nach H. SCHULZ. Fig. 445.

das Hahnrohr *b* mit der Luftpumpe verbunden. Der Cylinder *D* ist mit einem doppelwandigen Blechmantel, welcher als Wasserbad dient, umgeben. Dieser ist an der einen Seite unten mit einem Ansatzrohr versehen, unter welchem ein Lämpchen angebracht ist. An der gegenüberliegenden Seite hat er einen Ausschnitt mit Schieber *e*, durch welchen der Dreiweghahn zugänglich gemacht ist. Beim Gebrauch muß die Temperatur des Kühlwassers und die des Wasserbads so geregelt werden, daß das Destillat immer gleichmäßig flüssig bleibt. Soll eine Fraktion abgelassen werden, so stellt man den Dreiweghahn *a* so, daß die Vorlage *E*

\* Zeitschrift für analytische Chemie, Bd 28, S. 673. — Chem. Centr.-Blatt 1890, I, S. 625.



mit der äußeren Luft verbunden ist, entfernt dieselbe und ersetzt sie alsbald durch eine neue.

Eine gute Zusammenstellung aller für die fraktionierte Destillation im Vakuum nötigen Apparate zeigt die Abbildung in Figur 447 nach G. KOLBE.\* *A* ist die Wasserluftpumpe mit dem Dreiweghahn *a*, *B* eine Überlaufflasche mit aufgesetztem Vakuummeter und damit verbunden der Fraktioniervorstoß *f*. Das Vakuummeter kann oben durch einen Hahn

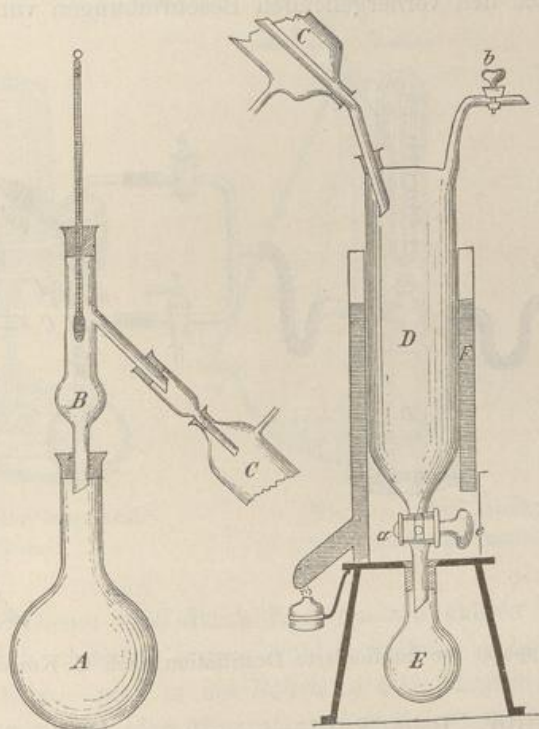


Fig. 446. Destillationsvorlage nach VALENTA.

geschlossen werden. Um es zu justieren, verbindet man den einen Schlauchansatz der Überlaufflasche mit der Luftpumpe, den anderen mit einem Barometer, und evakuiert langsam, wobei man jedesmal, wenn sich der Druck um 10 mm vermindert hat, den Stand des Quecksilbers im Vakuummeter markiert. Diese Teilung ist für den Zweck der fraktionierten Destillation völlig ausreichend und hat den Vorzug, bei geringer Länge und größerer Handlichkeit des Instruments die ganze Barometerskala zu umfassen. Die Überlaufflasche wirkt nützlich sowohl durch Auffangung

\* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 13, S. 389. — *Chem. Centr.-Blatt* 1889, I, S. 772.



etwa übertretenden Pumpenwassers als auch übersteigenden Destillats. Zum Schutz des Vakuummeters ist dasselbe mit einer Glaskappe bedeckt. — Der Fraktioniervorstoß ist dem von **LOTHAR MEYER** (s. oben S. 290) nachgebildet, jedoch mit dem Unterschiede, daß das in den Kolben *f* eingeführte Rohr *x* von einem weiteren Glasrohr umgeben ist (Fig. 448); Rohr *x*, sowie Hahn *d* haben einen inneren Durchmesser von 6 mm, Rohr *y* einen äußeren von 12 mm; letzteres ist mit *x* unten verschmolzen und hat nahe an seinem unteren Ende einige Löcher. Der Gebrauch des Apparats ergibt sich nach den vorhergehenden Beschreibungen von selbst.

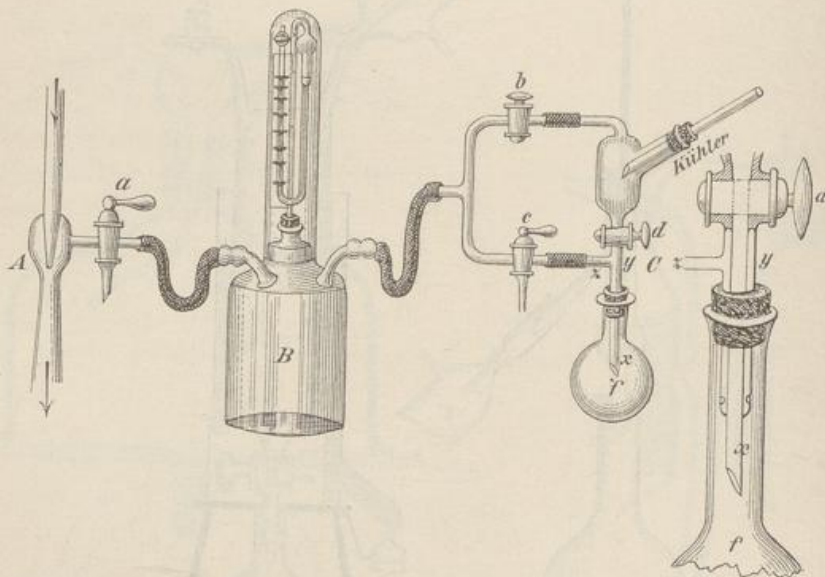


Fig. 447. Apparat für fraktionierte Destillation nach G. KOLBE. Fig. 448.

**Sublimation.** Beim Sublimierapparat nach **ODDO**\* trägt ein Stativ auf zwei Ringen zwei Asbestscheiben *a* und *b* (Fig. 449). Die Scheibe *a* ist in der Mitte durchlöchert und trägt in dieser Öffnung ein kleines Becherglas mit dünnen Wänden und nicht sehr hoch, worin sich die zu sublimierende Substanz befindet. Zwei andere größere Bechergläser sind darübergestülpt. Das innere dient dazu, die sublimierende Substanz aufzufangen. Das äußere soll die Dämpfe zurückhalten, die aus dem ersten entweichen. Die Scheibe *b* hat den Zweck, die Wärme der darunter stehenden Flamme möglichst zu verteilen und wird, je nach der Flüchtigkeit der Substanz, dem kleinen Becher mehr oder weniger genähert.

Es ist gut, auf die durchlöcherte Asbestscheibe zwei ebenfalls durch-

\* *Gazzetta chimica italiana* 23, II, S. 313. — *Chem. Centr.-Blatt* 1894, I, S. 129.



löcherter Papierstreifen zu legen, welche sich um den Rand der beiden Bechergläser legen und den Verlust an Wärme verhüten.

Um die Sublimation des Jods in größeren Mengen auszuführen, bedient man sich des von HERTKORN\* empfohlenen Apparats. Derselbe besteht aus einer flachen Schale *mm* aus emailiertem Eisenblech, welche an ihrem oberen Rande eine Rinne *mm'* hat. In diese paßt ein hoher kegelförmiger Aufsatz *B*, durch dessen obere Öffnung ein Glasgefäß *C*

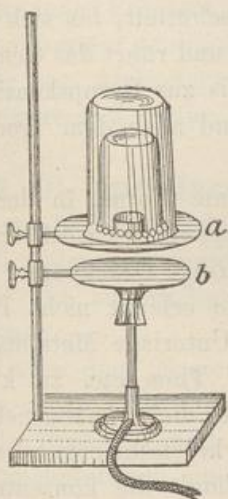


Fig. 449. Sublimierapparat nach Oddo.

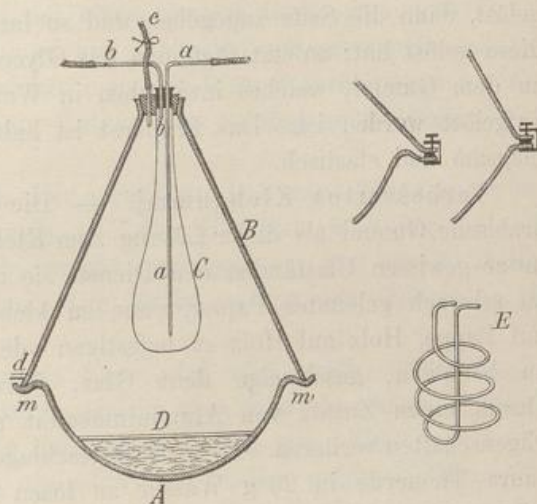


Fig. 450. Sublimierapparat nach HERTKORN.

eingesetzt ist. Dieses wird durch Einleiten von kaltem Wasser durch *a*, welches durch *b* abfließt, immer kühl gehalten. Behufs Dichtung von Trichter und Schale wird in die Röhre Öl oder Paraffin gebracht. Statt dessen kann aber auch der Apparat so eingerichtet werden, daß man den Trichter mit der Rinne durch Schraubenklemmen verbindet, wie die Nebenfigur zeigt; und statt des Kühlgefäßes *C* läßt sich auch eine emailierte Kühlschlange *E* anwenden. Das Jod wird mit einer durchlöcherter Scheibe von Filtrierpapier bedeckt und von unten durch eine kleine Flamme mäßig erwärmt.

\* *Chemiker-Zeitung*, Bd. 16, S. 597. — *Chem. Centr.-Blatt* 1892, II, S. 195.