

614. J. W. Brühl: Apparat zur fractionirten Destillation im Vacuum.

(Eingegangen am 28. November.)

Unter den bisher beschriebenen Vorrichtungen zur continuirlichen, fractionirten Destillation bei vermindertem Druck leiden die meisten an zwei Uebelständen. Gewöhnlich hat das Destillat einen durchbohrten Glashahn zu passiren, welcher ohne Schmiermittel nicht hinreichend gedichtet werden kann. Ferner findet man in der Regel die lästige Einrichtung, dass während der Destillation die zu wechselnden Vorlagen von dem haltenden Stopfen abzunehmen, beziehungsweise luftdicht an denselben anzuschliessen sind. Diese Nachtheile werden vermieden, wenn man sich eines zu evacuierenden Gefässes bedient, welches sämtliche Recipienten enthält, die durch irgend eine Vorrichtung sich an dem Destillationsrohr vorbei bewegen lassen. Der von Konowalow ¹⁾ angegebene und der von Gorboff und Kessler ²⁾ modificirte, sowie der kürzlich von Billeter ³⁾ beschriebene Apparat suchen diesen Gedanken zu verwirklichen. Seit einiger Zeit ist in meinem Laboratorium ein von mir construirter Apparat im Gebrauch, der, auf demselben Princip beruhend, durch vielfache Erfahrung als wirklich zweckentsprechend befunden worden ist. Fig. I stellt ein Exemplar in $\frac{1}{2}$ der natürlichen Grösse dar.

Der bei *a* zu evacuierende, einerseits offene und mit abgeschliffenem Rande versehene Glascylinder *A* ist durch den aufgeschliffenen Deckel *B* verschliessbar. In den seitlichen Tubulus *b* desselben ist mittelst Kautschukstopfens das Destillationsrohr *c* eingepresst. Der centrale Tubulus *d* wird von dem mit Griff versehenen Glasstabe *e* durchsetzt, dessen Dichtung ebenfalls mittelst eines Kautschukstopfens geschieht. Dieser Glasstab reicht fast bis zum Boden des Cylinders *A* und ist in einiger Entfernung vom unteren Ende durchbohrt. In die Bohrung ist ein Stift eingelassen, an welchen mittelst Bayonnetteverschlusses der Recipientenhalter angehängt werden kann. Dieser, aus Ebonit angefertigt, besteht aus einer Hülse *f*, an welcher die Scheiben *g* und *h* befestigt sind. In die kreisförmigen Ausschnitte werden die als Recipienten dienenden Probirgläser eingesetzt.

Der Bayonnetteverschluss, bestehend aus oben eingeschlitzter Hülse *f* und mit Stift *i* versehenem Glasstab *e* ist in Fig. II besonders und in natürlicher Grösse dargestellt.

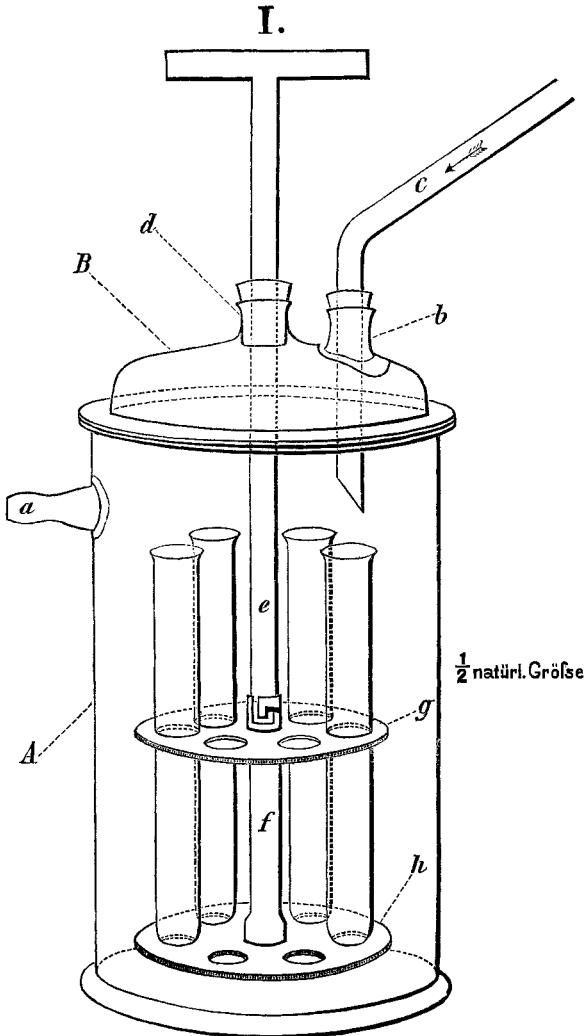
Nachdem der Recipientenhalter mit den Eprovetten versehen ist, wird der Glasstab, an welchem der Deckel *B* sammt Destillations-

¹⁾ D. Konowalow, diese Berichte 1884, XVII, 1535.

²⁾ A. Gorboff und A. Kessler, a. a. O. 1885, XVIII, 1363.

³⁾ O. Billeter, Bullet. soc. scien. natur. Neuchâtel 1888, t. XVI.

rohr befestigt ist, bis zum Stift in die Hülse eingesenkt und durch eine leichte Drehung derselben die Verbindung der Apparaththeile hergestellt. Alsdann führt man diese Vorrichtung in den Cylinder *A* ein und drückt die abgeschliffenen und gut eingefetteten Ränder des



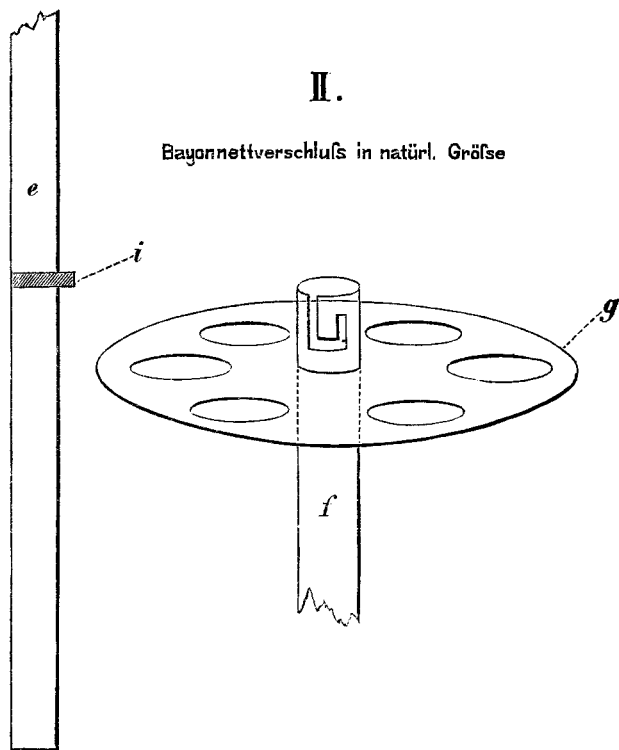
Deckels und Cylinders fest an einander. Als Dichtungsmittel dient eine Mischung aus gleichen Theilen Wachs und Schweineschmalz.

Nachdem das Siedegefäß luftdicht angeschlossen ist, lässt sich der Apparat mittelst einer guten Wasserstrahlpumpe in einigen

Minuten bis zur jeweiligen Wassertension evacuiren und bleibt beliebig lange vollkommen dicht.

Das Wechseln der Vorlagen geschieht durch Drehung des eingeöhlten Glasstabes. Ein Auf- und Abziehen desselben, welches leicht zu Undichtigkeit Veranlassung geben würde, ist nicht nothwendig.

Nach beendigter Destillation wird zuerst der Siedekolben abgenommen und alsdann der Deckel *B* sammt Glasstab und Recipientenhalter aus dem Cylinder herausgehoben. Durch eine Drehung des



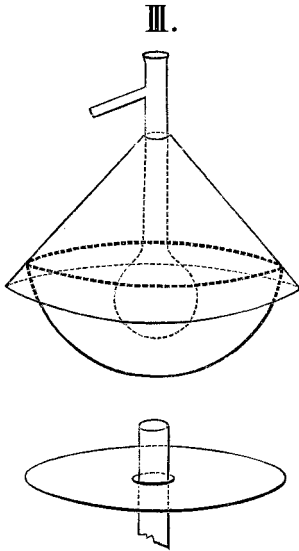
Recipientenhalters wird der Bayonnetteverschluss geöffnet und der daran hängende Deckel entfernt.

Der Handlichkeit wegen empfiehlt es sich die Destillationsröhre in der Regel nicht mit einem Liebig'schen Kühler zu umgeben, sondern einfach durch Auftropfen von Wasser kalt zu halten. Für leicht erstarrende Körper benutzt man ein kurzes kupfernes Destillationsrohr und erwärmt dasselbe nach Bedarf.

Der beschriebene Apparat, von der hiesigen Firma C. Desaga in verschiedenen Grössen zu beziehen, gestattet es eine fractionirte Destillation in vacuo mit gleicher Leichtigkeit und in derselben Zeit

als eine solche unter Luftdruck auszuführen. Natürlich kann er auch zu Destillationen in irgend welchen Gasatmosphären verwendet werden. Er zeichnet sich nicht nur durch guten Schluss, sondern auch durch die Dauerhaftigkeit desselben aus, wobei erwähnt sei, dass die einmal fest eingepressten Kautschukstopfen nicht aus ihrer Lage verrückt oder abgenommen werden sollten, was in der That unnöthig ist. Uebrigens kann für den Fall, dass eine Erneuerung des

den Glasstab umfangenden Stopfens mit der Zeit erforderlich werden sollte, der in den Glasstab mit gelinder Reibung eingelassene Stift des Bayonnetteverschlusses herausgezogen werden.



Zu bemerken wäre noch, dass man sich zu allen Destillationen mit Vortheil eines Luftbades bedienen kann, welches aus einer halbkugelförmigen Metallschale besteht, in die das Siedgefäß ohne den Boden zu berühren eingehängt wird. Man stülpt alsdann eine kreisförmige Asbestplatte, die einen centralen Ausschnitt und einen radialen Schlitz enthält, über den Kolben und drückt alsdann diese Scheibe zu einem je nach Bedarf mehr oder weniger hohen Trichter zusammen, der eventuell mit Draht zusammen gehalten wird. Bei höheren Tempera-

turen ist es zweckmässig auf die Bunsenlampe eine Asbestscheibe zu setzen, welche die von der Metallschale nach unten gesandten Wärmestrahlen reflectirt. In einem so hergerichteten Thermostaten, Fig. III, lassen sich Destillationen bei niederen und hohen und bei ebenso constant bleibenden Temperaturen als bei Anwendung der minder bequemen Wasser-, Oel- und anderen flüssigen Bäder ausführen.

Heidelberg, im November 1888.