

## 25. B. Jaffé: Laboratoriums-Apparat zur Ausführung von Destillationen mit überhitzten Wasserdämpfen.

(Vorgetragen vom Verfasser.)

Die überhitzten Wasserdämpfe finden in der Grossindustrie bekanntlich ausgedehnte Verwendung. — Die für die Erzeugung und Anwendung derselben construirten Apparate functioniren in jeder Beziehung sicher und gut, und die Temperaturen lassen sich leicht reguliren, sodass ihre Verwendung für den Grossbetrieb keinerlei Schwierigkeiten bietet.

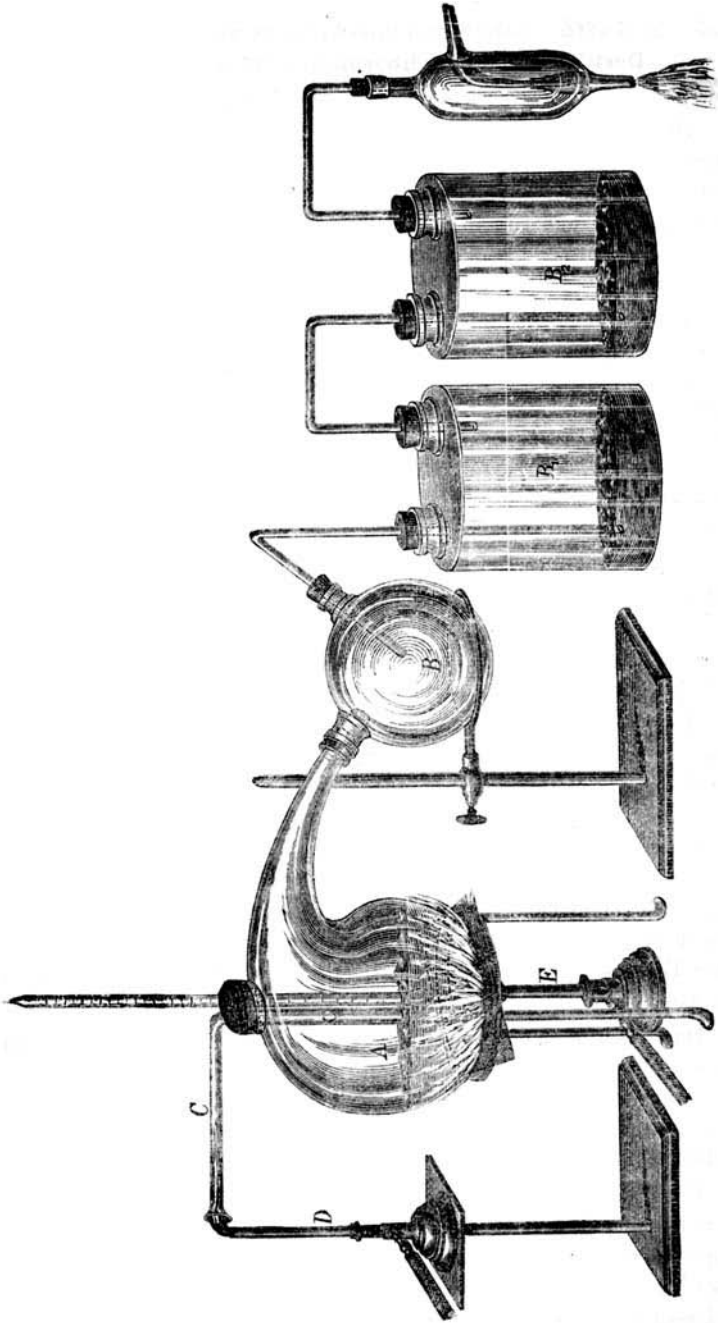
Anders liegt es mit der Construction von Apparaten zur Erzeugung überhitzter Wasserdämpfe für das Laboratorium. Ist schon die Ueberhitzung nicht leicht zu erzielen, so liegt eine fernere Schwierigkeit in der Verbindung der Apparate, die ja unter Ausschluss verbrennbarer Substanzen geschehen muss. Die Apparate werden durch die starren Verbindungen leicht zerbrechlich, und ihre Handhabung ist daher eine unbequeme; sie werden ferner durch den in ihnen erzeugten Dampfdruck leicht undicht, und es ist endlich nicht leicht die Temperatur zu reguliren. In Rücksicht auf diese Schwierigkeiten ist sicher mancher beabsichtigte Versuch unterblieben.

Ich habe nun für den gedachten Zweck einen Apparat construiert, der sich durch grosse Einfachheit auszeichnet, und dessen Handhabung keinerlei Schwierigkeiten bereitet.

*A* ist eine tubulirte Retorte, die mit mehreren Condensations-Vorlagen *B*, *B*<sub>1</sub>, *B*<sub>2</sub>, deren Form, Anzahl und eventuelle Kühlung der Natur des zu destillirenden Körpers angepasst werden können, verbunden ist. — Die erste oder die ersten Vorlagen sind leer, die hinteren sind mit wenig Wasser gefüllt. Die letzte Vorlage steht in Verbindung mit einer Wasserluftpumpe. In den Tubulus der Retorte ist ausser dem Thermometer ein offenes 3—4 mm weites Kupferrohr (*C*) vermittelt eines durchbohrten runden Stücks Asbestplatte, wie solche in der Technik für Verpackungen vielfach Anwendung findet, eingesetzt. Der ganze Tubulus wird dann gut mit Lehm verschmiert.

Das Rohr *C* reicht entweder bis in die Flüssigkeit und wird in diesem Falle zweckmässig durch ein übergestülptes Glasrohr vor der directen Berührung mit der Flüssigkeit zur Vermeidung von Verbrennungen geschützt, oder, was sich für viele Zwecke noch mehr empfiehlt, man lässt das Rohr nur bis zum Flüssigkeitsspiegel reichen.

Vor das offene Ende des Rohrs *C* stellt man einen Bunsenschen Brenner (*D*). Wird nun der Brenner angezündet und die Luftpumpe in Gang gesetzt, so werden die Verbrennungsproducte des Gases gemischt mit atmosphärischer Luft eingesogen und bewirken die Destillation der in der Retorte befindlichen Flüssigkeit.



Des zweiten Brenners (*E*) bedient man sich wesentlich nur zu Beginn der Operation, um die Flüssigkeit schneller auf die Destillations-Temperatur zu bringen, obgleich dies auch ohne Erwärmung von aussen gelingt.

Man destillirt so ja allerdings nicht mit reinem Wasserdampf, sondern die übrigen Verbrennungsproducte des Leuchtgases  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$  etc. und atmosphärische Luft werden gleichzeitig durch die zu destillirende Flüssigkeit gesogen, für viele Zwecke ist dies jedoch ohne Bedeutung. Ich habe Glycerin, Paraffin, Stearinsäure und ähnliche Substanzen so destillirt, und die Destillate liessen nichts zu wünschen übrig.

Für die Zwecke aber, für die es darauf ankommt, reinen Wasserdampf in Anwendung zu bringen, wird man sich anstatt der Leuchtgasflamme einer Wasserstoffflamme bedienen können.

Die Regulirung der Temperatur kann man durch die Stärke des Wasserstromes der Luftpumpe, durch die Höhe der Leuchtgasflamme und durch die Länge des Metallrohres mit Leichtigkeit bewerkstelligen.

Der Apparat ist deshalb auch für Laboratorien, denen ein Dampfkessel nicht zur Verfügung steht, für gewöhnliche Dampf-Destillationen verwendbar.

Sehr geeignet ist der Apparat für Bestimmungen des Glycerin-gehalts von Rohglycerinen, für die ich denselben seit längerer Zeit mit sehr gutem Erfolge anwende. Bei gut geleiteter Destillation ist das Resultat ein für die Technik ausreichend sicheres, und die Differenz zweier mit demselben Material ausgeführten Operationen beträgt nicht mehr als 0.1 pCt.

Da der Process der technischen Glycerin-Destillation durch diese Bestimmungsmethode im kleinen Maassstabe ausgeführt wird, erhält man ein Resultat, das der im Grossbetriebe zu erwartenden Ausbeute ziemlich genau entspricht, und unterscheidet sich die Methode daher vortheilhaft von den bisher in Anwendung gewesenen Bestimmungsmethoden, bei denen Analysen-Resultat und erzielte Ausbeute oft sehr bedeutend von einander abwichen.