

Präparates zu 19.11° für den ungeschleuderten Theil, 19.46° für den geschleuderten Theil.

Der Apparat, den jeder Praktikant sich selbst zusammenzustellen im Stande ist, kann innerhalb gewisser Grenzen, in jeder beliebigen Dimension hergestellt werden.

Basel, am 23. Februar 1895.

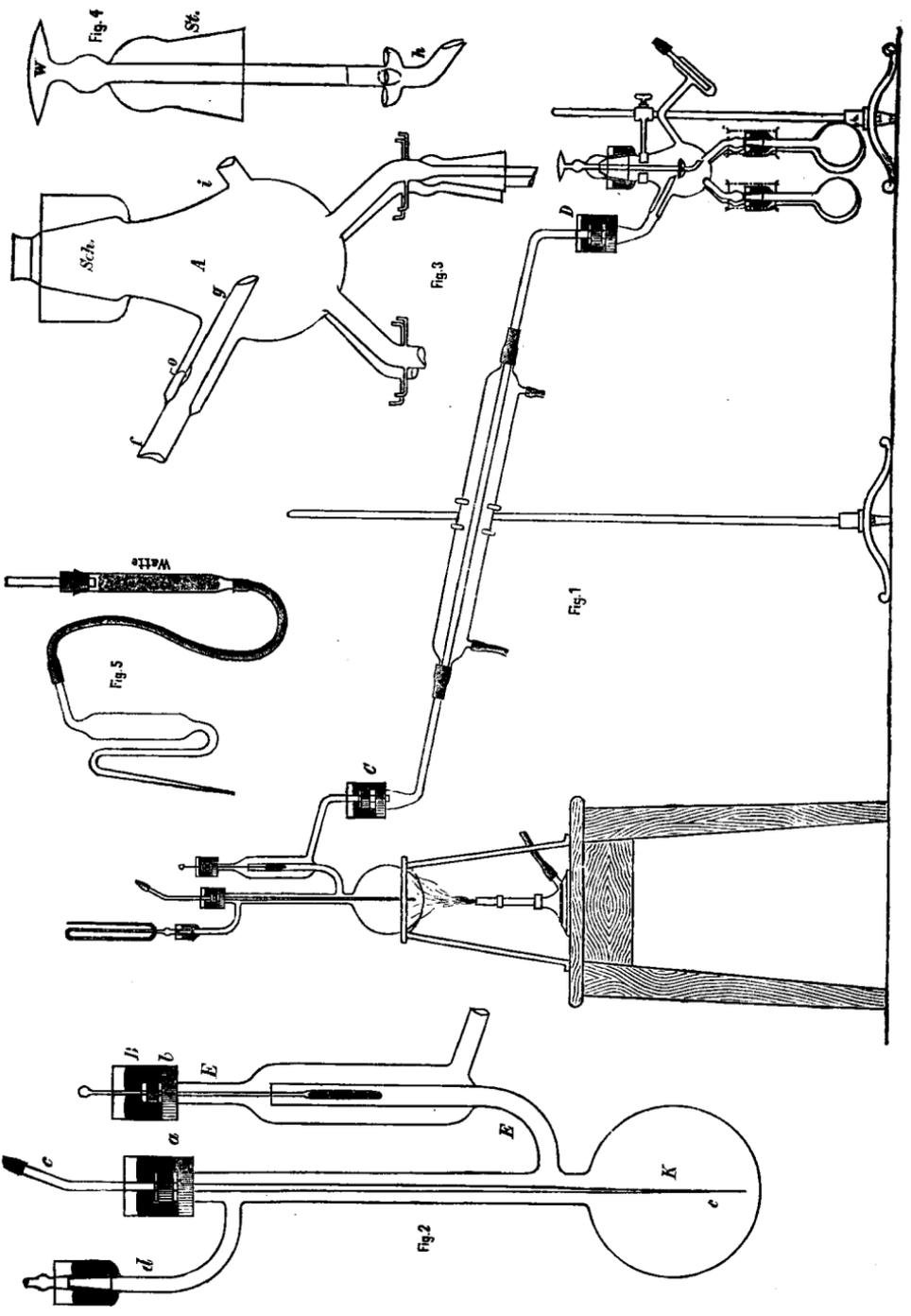
#### 84. Georg W. A. Kahlbaum: Apparat zur fractionirten Destillation bei sehr niedrigen Drucken.

(Eing. am 25. Februar).

Die mancherlei Apparate, die bisher für fractionirte Destillation bei vermindertem Druck construirt worden sind, haben sich im Allgemeinen gut bewährt. Ihrem Zweck und ihrer Anlage nach sollen sie jedoch nur mittleren Drucken, sagen wir, rund 50 mm, dienen; für sehr tiefe Drucke, sagen wir unter 3 mm, sind sie nicht geeignet. Diesem Mangel soll durch den, im Folgenden beschriebenen Apparat, der für fractionirte Destillation, unter Zubülfnahme einer Quecksilberpumpe dienen soll, abgeholfen werden.

Es ist klar, dass, je weiter die Verdünnung getrieben wird, je grösser auch die Arbeitsleistung der Pumpe ist. Um den letzten Millimeter fortzupumpen, muss ein 760mal so grosses Quantum Gas entfernt werden, als um den Druck von 760 mm auf 759 zu vermindern; daraus geht hervor, dass erste Vorbedingung für den Apparat absolute Dichtigkeit sein muss. Vollkommen luftdichter Verschluss ist aber bequem nur unter Anwendung von Quecksilber als Sperrflüssigkeit zu erreichen; dasselbe wird denn auch überall als solche verwendet, wenn möglich unter Anwendung von Schlifren. Da, wo ein Wechsel der Theile des Apparates die Anwendung von Schlifren verbietet, d. i. z. B. an der Capillare, am Thermometer, am Kühler u. s. w., wird ein Quecksilberverschluss in der Weise hergestellt, dass um den äussern Theil des zu verschliessenden Glasrohres ein Kautschukring (vergl. a b der Figur 2) gelegt wird, über den ein, aus einem abgesprengten, weiteren Glasrohr gefertigter Becher B gestülpt wird, der seinerseits mit Quecksilber angefüllt wird. Diese Verschlüsse sind einfach und halten auch unter Anwendung von Korkstopfen vollkommen dicht. An den Stellen, wo weitere Rohrstücke verwendet werden müssen, wie bei C u. D der Fig. 1, ist es gut, die inneren Wandungen der weiteren Rohre matt anzuschleifen.

Die Gesamtanordnung des Apparates ist die bekannte und aus der Zeichnung ersichtlich. Der Kolben K, Fig. 2, trägt an seinem Hals, durch den die, für ein ruhiges Kochen in der Mehrzahl der



Fälle unumgänglich nöthige Capillare c c, bis auf den Boden geführt ist, zwei seitliche Fortsätze, dessen oberer, d, das Manometer trägt, während der untere, E E, als eigentliches Siederohr dient, das ganz in Dampf befindliche Thermometer trägt und nach dem Princip des doppelten Dampfmantels construirt ist. Man kann, und ich habe das auch früher gethan, statt dieses Siederohres auch eine kleine Platin-kolonne anwenden, hierbei wird aber, was sonst Zweck, zu Mangel, indem ein Theil des Dampfes sich an den Platinnetzen condensirt, also der durchströmende Dampf einen Druck zu überwinden hat, der sich natürlich auch auf der Flüssigkeit in K geltend macht. Ueber den Einfluss der verschiedenen Siederöhre auf die Reinheit des fractionirten Productes wird später noch berichtet werden. Der Capillare c, ist noch eine Trockenflasche (in der Zeichnung nicht angegeben) vorzulegen, die mit derselben durch einen dickwandigen Kautschukschlauch verbunden wird; die Klemme, die dieser trägt, dient zur Regulirung des durchgeleiteten Luftstromes; es genügt in fast allen Fällen, wenn in der Minute je eine Luftblase durch die Trockenflasche streicht. Der Luftstrom muss und kann allein an dieser Stelle beobachtet werden, da an dem unteren, mit russender Flamme äusserst fein ausgezogenen Ende der Capillare noch Mengen von Blasen in dem weiteren Theil der Capillare angesammelter Luft auch dann noch austreten, wenn die Klemme absolut geschlossen ist. Erst wenn der vollkommen zusammengesetzte Apparat auf luftdichtes Schliessen erprobt und durch abwechselndes Auspumpen und Einleiten trockener Luft vollkommen getrocknet ist, wird durch d die Flüssigkeit in K mittels eines ausgezogenen Trichters gegossen. Vor dem Abheben des Manometers wird das Quecksilber aus dem Becher entfernt, damit dasselbe nicht durch den, im Apparat immer noch herrschenden geringen Minderdruck hineingesogen werde. Diese Vorsicht des Abhebens des sperrenden Quecksilbers ist in allen Fällen beim Oeffnen des Apparats anzuwenden; am besten dient dazu die kleine in Fig. 5 gezeichnete Pipette. Das Manometer ist mit einem Doppelschliff meiner Construction<sup>1)</sup> versehen, damit dasselbe auf zwei, verschieden grosse Kolben passt.

Der wesentlichste Theil des Apparates ist der in Fig. 3 und 4 dargestellte Vorstoss. In das birnenförmige Gefäss A mündet das Rohr fg, dessen obere Wandung bei o ein Loch trägt, durch welches die aus der Capillare eintretende Luft stetsfort abgesogen wird, damit nicht ein bei g sich ansammelnder Tropfen durch Nachdrängen derselben zerstäubt wird. Auf die Schliffstelle Sch der Birne A passt der Stempel St der Fig. 4. In den Stempel ist axial ein Wirbel W

<sup>1)</sup> Vergl. Kahlbaum »Schliffe und Hähne«, Zeitschr. f. Instrumentenkunde 14, 1894, 21.

eingeschmolzen, der an seinem unteren Ende bei h seitlich gebogen ist und über der Biegung 4 Näpfchen trägt, in welche bei geeigneter Stellung die aus g fallenden Tröpfchen des Destillates gelangen, um je nach der, durch Drehung veränderlichen Richtung von h in eine der 4 Vorlagen zu gelangen. Der Schliff Sch wird durch den umgeschmolzenen Becher und Quecksilber luftdicht verschlossen. Da es für gefahrlose Ausführung der Drehung nöthig ist, Schliff und Stempel zu fetten, so ist der Stempel an seinem oberen Theile verlängert und etwas einlaufen gelassen; condensirt sich, was nicht zu vermeiden, ein Theil des Dampfes in dem oberen Theil des Vorstosses, so sammelt sich die Flüssigkeit an jener Stelle an, ohne dass zu befürchten ist, dass sie von dem Fett verunreinigt in die Vorlagen gelangt. Die Vorlagen sind ebenfalls in die 4 Abläufe des Vorstosses eingeschliffen und mit Quecksilber gesperrt; es ist das vortheilhafter, als dieselben mit Gummizapfen zu befestigen; das bei solcher Art der Befestigung stets nothwendige feste Anpressen der Kolben an die Ausflussröhren des Vorstosses, ist immer gefahrdrohend, wodurch der Nutzen der Vereinfachung aufgehoben wird.

Ausflussrohre und Vorlagen tragen kleine Glashaken angeschmolzen, zum Ueberlegen von Gummibändern, damit die Kolben, wenn der Apparat luftgefüllt ist, nicht etwa herabgleiten können. Bei i trägt A noch einen Fortsatz, der zur Pumpe führt; die Construction desselben verhindert es, dass etwa Flüssigkeit, die, mit dem Pumpe und Apparat verbindenden, innen, des leichteren Ueberziehens wegen gefetteten Gummischlauch in Berührung war, in den Vorstoss oder die Vorlagen gelangt. Es ist gut, zwischen den Destillationsapparat und die Pumpe noch eine, mit Schwefelsäure oder einem andern Absorptionsmittel beschickte Schlange einzuschieben, um die Pumpe möglichst vor eindringenden Dämpfen zu schützen. Dieser Zweck wird noch in erhöhtem Maasse erreicht, wenn man die Schlange in einen Blechkasten legt und mittels Kältemischung stark kühlt. Ich habe solche Apparate, wie der oben beschriebene, seit einem Jahr zu vollkommenster Zufriedenheit in Gebrauch. Hergestellt werden sie genau nach meinen Angaben von Carl Kramer in Freiburg i/B.

Basel, 23. Februar 1895.