

Zum Schlusse sei noch erwähnt, daß sich fast zu derselben Zeit, wo die Anfangsversuche dieser Arbeit angestellt wurden, die Firma E. Schering Protol-Abteilung, Berlin, mit ähnlichen Untersuchungen befaßte, die ebenfalls ergaben, daß die Jodidmethode bei Gegenwart von Trimethylenglykol nicht brauchbar sei.

Hrn. Prof. Lenze, Abteilungsvorstand im Militärversuchsammt Berlin, bin ich für seine Anregung und Förderung sehr zu Dank verpflichtet.

Frankfurt a. M., 8. Mai 1919.

### 161. J. Houben: Über Hochvakuum-Destillation.

[Aus dem Technolog. Institut der Universität Berlin.]

(Eingegangen am 11. April 1919.)

Erdmann<sup>1)</sup> hat ein Verfahren angegeben, mit einer gewöhnlichen Wasserstrahlpumpe Hochvakuum zu erzeugen, indem man den Destillationsapparat mit Kohlensäure füllt und diese durch flüssige Luft in einer Vorlage niederschlägt. Man erreicht so leicht Drucke von 0.2—0.3 mm Quecksilber, und der niedrigste von Erdmann erzielte Druck betrug sogar nicht mehr als 0.026 mm, welches also als Höchstzahl der Kohlendioxyd-Tension bei  $-190^{\circ}$  angesehen werden muß.

Das Verfahren ist dem von Fischer und Harries<sup>2)</sup> beschriebenen, das einer stark wirkenden Ölpumpe bedarf, in seiner Einfachheit bezüglich aller Stoffe überlegen, die bei der Destillation keine permanenten Gase oder leichtflüchtigen Substanzen entwickeln. Die von Krafft<sup>3)</sup> vorgeschlagene Absorption des Kohlendioxyds durch Kalilauge unter Ersatz der flüssigen Luft durch Äther-Kohlensäure erscheint bei dem heutigen Verhältnis in der Zugänglichkeit beider Kühlmittel und der Bequemlichkeit ihrer Verwendung kaum als Vereinfachung der Erdmannschen Arbeitsweise, und die von Wohl<sup>4)</sup> oder Schroeter empfohlene Benutzung der Blutkohle — die auch wieder mit flüssiger Luft gekühlt werden muß — dient mehr zur Erzeugung eines Kathoden-Vakuums.

Ein Übelstand bei dem Erdmannschen Verfahren ist die Nichtverhinderung des Siedeverzugs. Denn Tonstückchen und dgl. wirken im Vakuum nicht lange, und die Einschaltung einer Capillare

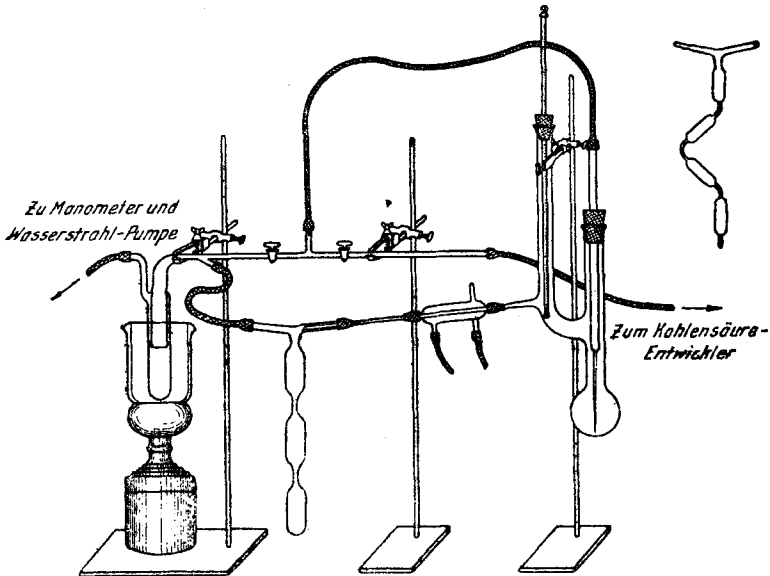
<sup>1)</sup> E. Erdmann, B. 36, 3456 [1903].

<sup>2)</sup> E. Fischer und C. Harries, B. 35, 2158 [1902].

<sup>3)</sup> F. Krafft, B. 37, 95 [1904].    <sup>4)</sup> A. Wohl, B. 38, 4149 [1905].

zum Durchsaugen von Kohlendioxyd-Bläschen durch das Destillandum — Luft kommt nach Lage der Sache nicht in Frage — ist von Erdmann nicht vorgesehen, vielleicht aus der Ansicht heraus, es sei dies dem Hochvakuum abträglich. Wenn jedoch bei der gewöhnlichen Vakuum-Destillation das Durchsaugen eines ganz feinen Luftstroms keine wesentliche Druckveränderung mit sich bringt, so sollte ein Durchsaugen von Kohlensäure im Hochvakuum noch weniger schädlich sein. Denn der größeren Empfindlichkeit des Hochvakuums steht der Umstand gegenüber, daß die eingesaugte Kohlensäure im Kondensator mit großer Schnelligkeit niedergeschlagen wird, wie man dem augenblicklichen Sturz der Manometersäule beim Zubringen der flüssigen Luft entnehmen kann. Eine derartige Fortnahme des Capillarstroms fällt bei der gewöhnlichen Vakuum-Destillation fort.

Konnte hiernach die Anwendung einer Capillare beim Erdmannschen Verfahren grundsätzlich als nicht schädlich angesehen werden, so bestand praktisch die Schwierigkeit, die Luft völlig aus der Capillare, bezw. dem weiteren, an sie anschließenden Rohre, zu entfernen. Das Absaugen durch die feine Capillare dauert viel zu lange, um in Betracht zu kommen, zumal das Rohr drei- bis viermal mit Kohlendioxyd gefüllt werden muß.



Um das in die Capillare mündende Rohr rasch und mühelos evakuieren und mit Kohlensäure füllen zu können, habe ich die aus der Abbildung ersichtliche Anordnung getroffen.

In eine, Kohlensäure-Entwickler und -Kondensator unmittelbar verbindende Schlauchleitung ist ein T-Rohr mit zwei beiderseits des Ansatzrohrs angebrachten Glashähnen eingeschaltet und letzteres an das Capillarrohr angeschlossen. Der Kondensator steht durch ein Gabelrohr auch mit der Destillationsvorlage in Verbindung. Der Capillare und Entwickler verbindende Hahn wird geschlossen, der zum Kondensator führende geöffnet und durch Anstellen der Pumpe evakuiert. Da die Luft vom weiten Teil des Capillarrohrs aus abgesogen wird, vollzieht sich die Evakuierung des Rohrs mit derselben Schnelligkeit wie die des ganzen Apparats. Nun wird die Pumpe abgesperrt, der zum Entwickler führende Hahn des T-Rohrs geöffnet und Kohlensäure eingelassen. Nach dreimaliger Wiederholung ist alle Luft verdrängt. Der zum Kondensator führende Hahn wird geschlossen, der zum Entwickler führende bleibt geöffnet, und sobald der Kondensator durch Zubringen der flüssigen Luft in Tätigkeit tritt, beginnt ein gleichmäßiger Kohlensäurestrom durch die Flüssigkeit im Destillationskolben zu perlen, ohne daß das Hochvakuum sich auch nur im allergeringsten verschlechtert. Ist die Capillare nicht von der nötigen Feinheit, so daß die Flüssigkeit zu stark geschleudert wird — das Hochvakuum bleibt auch in diesem Falle gänzlich unbeeinträchtigt —, so kann der Dioxydstrom durch einen Schraubenquetschhahn an der Schlauchverbindung zwischen Capillar- und T-Rohr gedrosselt werden.

Die benötigte Kohlensäure wird zweckmäßig in einem Kippschen Apparat aus geschmolzenem luftfreiem Kalium-Natrium-Carbonat und konz. Schwefelsäure entwickelt. Zum Abdichten der Schlauchverschlüsse erwies sich als weitaus bestes Mittel Gummilösung. Als Kondensator benutze ich neuerdings ein gewöhnliches Ozon-Rohr, dessen Einleitungsrohr gegabelt ist und einen Gummistopfen nicht erfordert. Es wurden so mit Leichtigkeit Drucke von 0.12 mm Quecksilber erreicht.

Die Vorlagen sind übereinander angeordnet und bilden ein durch zwei oder drei Einengungen abgeteiltes Rohr mit T-förmigem Verbindungsstück. Nach Aufnahme des Destillats — das weder mit Kautschuk, noch mit Luft in Berührung kommt — wird die betreffende Abteilung an der engsten, möglichst dünnwandigen Stelle zu- oder abgeschmolzen. Infolge des Hochvakuums fällt das Glas beim Erwärmen leicht zusammen. Soll während des Abschmelzens die Destillation nicht unterbrochen werden, so empfiehlt sich die Anwendung der besonders skizzierten Vorlagenform (oben rechts in der Zeichnung). Ein Neigen des Kolbens (durch Drehen der Klammer in der Muffel) erlaubt dann, die folgende Fraktion in der benachbarten Abteilung festzuhalten, während die vorhergehende abgeschmolzen wird, was immerhin vorsichtig unter Anwärmung und mittels kleiner Stichflamme zu geschehen hat.