

# Ueber Destillationsapparate und einige Neuerungen an denselben.

Von  
J. Habermann.



## I. Theil.

Zu denjenigen Operationen, welche von den Chemikern bei ihren Untersuchungen seit langer Zeit und überaus häufig ausgeführt werden, gehört in erster Reihe die Destillation. In Bezug auf den Zeitpunkt, seit welchem das Destilliren bekannt ist, wird es genügen daran zu erinnern, dass Plinius Geräte zur Destillation des Terpentins beschrreibt (Kopp, Geschichte der Chemie. 2. Bd. 28) und dass den Alchymisten, die man, ohne viel Ueberlegung und Berechtigung, so gerne als die Ahnen der Chemiker hinstellt, das Kühlfass, die tubulirte Retorte und andere Destillirapparate aus Glas bekannt waren, welche sie in ihren Werken nicht allein beschrieben, sondern auch, zum Theile wenigstens, durch Abbildungen verdeutlicht haben.

Was aber die Häufigkeit der Anwendung der Destillation bei chemischen Untersuchungen anbelangt, so kann sich auch der Laie durch einen Blick in die heutige chemische Literatur davon überzeugen, dass reichlich bei der Hälfte der Arbeiten, namentlich aus dem Gebiete der organischen Chemie, die Destillation, und zwar meistens nothwendiger Weise, zur Anwendung kommt.

Dementsprechend verfügt denn auch jedes moderne, chemische Laboratorium über eine grössere Anzahl von Destillirapparaten, welche in verschiedenen Formen und Grössenverhältnissen ausgeführt, nach Thunlichkeit den mannigfaltigen Bedürfnissen eines derartigen Institutes angepasst erscheinen, womit indessen keineswegs gesagt sein soll, dass diese Anpassung etc. stets in befriedigender Weise gelöst worden ist.

Selbstverständlich kann diese so häufige Anwendung der Destillation nicht in einer blossen Vorliebe für dieselbe, sondern vielmehr darin gesucht werden, dass sie in den meisten Fällen ein ziemlich einfaches Mittel bildet, um auf kurzem Wege, in Lösungen, Flüssigkeitsgemischen etc. die chemischen Individuen mit Hilfe ihrer verschiedenen Siedepunkte zu trennen, Substanzen zu reinigen, werthvolle Lösungsmittel wieder zu gewinnen u. s. w.

---

Fassen wir nun aber den der Destillation zu Grunde liegenden Vorgang selbst ins Auge, so kann gesagt werden, dass derselbe darin besteht einen Körper aus dem tropfbarflüssigen Zustande durch Erwärmen in einem passenden Gefässe bis zum Sieden in Dampf überzuführen, den Dampf durch geeignete Vorrichtungen in ein zweites Gefäss zu leiten und in diesem durch Abkühlung in den tropfbar flüssigen Zustand zurückzuführen. Dieser Satz kennzeichnet nicht allein in genügender Weise den bei der Destillation stattfindenden Process, sondern erinnert auch daran, dass jeder Destillirapparat zum mindesten aus zwei Theilen bestehen muss, welche man in leicht verständlicher Redeweise als Siede- oder Kochgefäss und als Condensations- oder Kühlgefäss unterscheidet. Besteht der Destillirapparat nur aus diesen beiden Theilen, so dient das Kühlgefäss, ausser zur Verdichtung der Dämpfe, auch noch zum Ansammeln der wieder tropfbar flüssig gewordenen Substanz, des Destillates, und in Rücksicht auf diesen Zweck wird das Kühlgefäss dann kurzweg als Vorlage bezeichnet.

Solche einfache Apparate sind aus Gründen, auf die später zurückgekommen werden soll, nur für hochsiedende Substanzen anwendbar. Zum Destilliren aller anderen Körper dienen Apparate, bei welchen für die Kühlung und die Ansammlung des Destillates gesonderte Vorrichtungen angebracht sind, so dass man an ihnen drei Theile, das Kochgefäss, den Kühler und die Vorlage unterscheiden muss, welche Theile auch nicht immer in unmittelbarem Zusammenhange stehen, sondern vielmehr durch besondere Verbindungsstücke verbunden sind, wodurch die Anzahl der Bestandtheile eines Destillirapparates noch weiter vermehrt erscheint.

Von diesen verschiedenen Theilen, welche sich an einem Destillirapparat finden können, oder finden müssen, wollen wir unsere Aufmerksamkeit zunächst dem Kühler zuwenden, demjenigen Theil des Apparates, welchem, wie unschwer einzusehen, eine sehr wichtige Aufgabe zufällt. Und diese Aufgabe, sie besteht nicht allein darin, dem dampfförmigen

Körper gerade so viel Wärme zu entziehen, dass er den tropfbarflüssigen Aggregatzustand annimmt, sondern es muss die Abkühlung des Destillates durch den Kühler bis und nicht selten selbst erheblich unter die Zimmertemperatur erfolgen, weil im anderen Falle vom Destillate durch Verdunsten sehr viel verloren ginge. Es werden demnach an den Kühler bestimmte Anforderungen gestellt, und um uns über die Berechtigung derselben von Vornherein zu orientiren, wollen wir uns an die Regeln erinnern, nach welchen die Abkühlung eines Körpers im Allgemeinen und im Speciellen die eines dampfförmigen Körpers, bei seinem Uebergange in den tropfbarflüssigen Zustand, erfolgt. Und diese Regel besagen, dass die Abkühlung einer derartigen Substanz abhängig ist: 1. von der bei der Dampfbildung latent gewordenen Wärme und der specifischen Wärme des Destillates, 2. von seiner Masse, 3. von der Grösse seiner Oberfläche, 4. von dem Unterschiede zwischen seiner eigenen Temperatur und jener seiner Umgebung (der Kühlsubstanz im speciellen Falle), 5. von der specifischen Wärme und dem Leitungsvermögen der letzteren und 6. von der Masse der Kühlsubstanz.

Inwieweit diese flüchtig angeführten Regeln bei der Construction eines Kühlers Berücksichtigung finden sollen und finden können, werden einige Bemerkungen lehren.

Dass man bei der Construction eines Kühlers die bei dem Uebergange aus dem tropfbarflüssigen in den dampfförmigen Zustand latent werdende, also die beim Wechsel des Aggregatzustandes in umgekehrter Ordnung, freiwerdende Wärme berücksichtigen soll, geht schon daraus hervor, dass diese Wärmemenge bei verschiedenen Substanzen sehr verschieden gross ist. Sie beträgt, um nur einige Beispiele zu nennen, beim Wasser 536, beim Alkohol 208, beim Aether aber nur 91 Calorien und ist überhaupt von allen untersuchten Flüssigkeiten beim Wasser am grössten.

Die wenigen Zahlen lassen erkennen, dass es mit Rücksicht auf die wechselnden Bedürfnisse eines Laboratoriums, welche es nur selten wünschenswerth machen einen Kühlapparat ausschliesslich für eine bestimmte Substanz aufzustellen, nicht leicht ist, die aus dem ersten Punkte sich ergebende Forderung in stärkerem Maasse zu berücksichtigen und wir werden uns diesbezüglich mit der Erkenntniss begnügen können, dass jeder Kühler, welcher in Hinblick auf die latente Verdampfungswärme beim Wasser genügt, auch für jede andere Substanz mehr als ausreicht, was in Hinblick auf allgemein bekannte Thatsachen

auch in Bezug auf die specifische Wärme des Condensationsproductes seine volle Geltung hat.

In Bezug auf den zweiten Punkt aber erscheint es selbstverständlich, dass die Masse des Dampfes, welche in der Zeiteinheit verdichtet werden soll, unter sonst gleichbleibenden Verhältnissen, bei der Dimensionirung des Kühlers Berücksichtigung finden muss und zwar hauptsächlich darum, weil von dem Momente in welchem die Dampfmasse in die Kühlvorrichtung eintritt bis zu ihrer völligen Verdichtung unter allen Umständen eine gewisse, messbare Zeit verstreichen wird, während welcher immer neue Dampfmenngen in den Kühler nachrücken. Und da der Kühler, wie bereits hervorgehoben, nicht allein den Dampf zu verdichten, sondern das Destillat auch noch auf eine, in der Regel möglichst niedere Temperatur zu bringen hat, so ist hiedurch weitere Veranlassung vorhanden seine Dimensionen lieber etwas zu gross als zu klein zu halten. Gleichwohl wird man nach diesem Gesichtspunkte, mit Rücksicht darauf, dass der Kühler mit der Zunahme seiner Grösse unhandlicher wird, die Verluste an Destillat durch Adhäsionswirkungen mit der Grösse der Fläche des Kühlers wachsen und unter Umständen sehr empfindlich werden können, etc., niemals weiter gehen, als die Erfahrung gebietet. Aber trotz des Bemühens den Fassungsraum des Kühlers auf das Nothwendigste zu beschränken, ist man bei den gebräuchlichen Formen nicht selten zu Grössenverhältnissen gelangt, welche die Verwendung derartiger Apparate, wenn nicht ausschliessen, so doch unangenehm machen. Und dieses Resultat wurde, wie mir scheint, hauptsächlich aus dem Grunde herbeigeführt, weil man zu hartnäckig an den gewohnten Gestalten festgehalten hat und die Abhilfe des Übelstandes zu wenig in der eingehenden Berücksichtigung der anderen, für die Verdichtung der Dämpfe etc. maassgebenden Punkte gesucht hat.

Gleich die dritte der früher aufgestellten Forderungen bietet Gelegenheit der durch die Zunahme der latenten Verdampfungswärme, der specifischen Wärme und der Masse der Dämpfe geforderten Vergrösserung entgegenzuwirken und zwar indem man von der Thatsache Gebrauch macht, dass die Oberfläche vieler Körper ohne Aenderung ihres Kubikinhaltes nicht selten sehr erheblich durch Aenderung der Gestalt vergrössert werden kann. Und da die Dämpfe keine selbstständige Körperform besitzen, so muss das Bestreben bei der Construction des Condensators darauf gerichtet sein, demselben diejenige Gestalt zu geben, bei welcher die Oberfläche im Verhältniss zur Capacität sehr gross ist. Dieser Gesichtspunkt ist nicht neu, man hat ihn im Gegen-

theil seit langer Zeit, allerdings mit wenig Nachdruck, in Rechnung gesetzt und es sind dadurch einige Kühler entstanden, welche sich, zum Theil wenigstens der allgemeinsten Anwendung erfreuen und bei welchen man dem eigentlichen Kühlgefäss, welches in der Folge stets als Condensator bezeichnet werden soll, in der Regel die Form langgestreckter enger Cylinder etc. kurz Formen gegeben hat, bei welchen eine oder auch zwei der drei Körperdimensionen sehr stark entwickelt sind und die beiden anderen, respective die dritte ebenso stark zurücktreten. Der Grund für die Wahl solcher Gestalten ist leicht erkenntlich, denn es wachsen z. B. beim Cylinder die Rauminhalte nach dem Quadrate, die Mantelfläche hingegen nach dem einfachen Verhältnisse der Halbmesser und die beiden Grössen (Rauminhalt und Mantelfläche) werden demnach umsoweniger von einander verschieden sein, je kleiner der Halbmesser des Cylinders ist. Wird sonach eine Vergrösserung des Kühlers nothwendig, so wird man dem Gesagten am besten Rechnung tragen, wenn man allein die Länge des Kühlers vergrössert, denn dann bleibt das günstige Verhältniss zwischen Oberfläche und Rauminhalt erhalten.

Was aber den Unterschied zwischen der Temperatur des Dampfes und jener der Umgebung anbelangt, so ist uns die erstere in dem Siedepunkte des Körpers gegeben, also für uns insoferne eine unveränderliche Grösse, als wir bei Destillationen in der Regel keinen Grund haben den Siedepunkt durch Druckvermehrung zu erhöhen, während wir die Temperatur der Kühltsubstanz sehr oft mit Leichtigkeit herabdrücken und so die erwünschte Vergrösserung der Temperaturdifferenz herbeiführen können. Bei der Construction der Kühler aber wird dieser Punkt insoferne in Betracht zu ziehen sein, als man demselben grössere Dimensionen dann wird geben müssen, wenn bei sonst ungeänderten Verhältnissen, also bei Kühlung mit Wasser etc. Substanzen von niederem Siedepunkt destillirt werden sollen, wobei man sich stets vor Augen zu halten hat, dass, wie bereits gesagt, dem Kühler nicht allein die Verdichtung des Dampfes, sondern auch die Abkühlung des Destillates obliegt.

Ziehen wir nun weiter die specifische Wärme und das Leitungsvermögen der Umgebung, respective der Kühltsubstanz, in Berücksichtigung, so muss darauf hingewiesen werden, dass diese sich stets aus mindestens zwei Materialien zusammensetzt und zwar aus dem Stoffe aus welchem der Condensator geformt wurde und jener Materie, welche diesen äusserlich umgibt d. i. der eigentlichen Kühltsubstanz. Die erstere kann principiell aus einem beliebigen festen Körper bestehen,

doch verwendet man erfahrungsgemäss und auch zweckmässig nur einige Metalle (Kupfer, Zinn, Messing) und Glas. Die Gesamtmasse dieser festen Substanz ist in der Regel im Verhältniss zur Menge des zu kühlenden Dampfes, oder besser gesagt im Verhältniss zu der verlangten Kühlwirkung gering. Es bewegen sich aber auch, die Anforderungen die man an sie stellt, nicht in der Richtung und man verlangt vielmehr, dass das Material des Condensators in Bezug auf die zu verdichtenden Dämpfe chemisch indifferent ist und die Wärme möglichst gut leitet.

Während nun die genannten Metalle der zweiten dieser Forderungen sehr vollkommen, der ersten hingegen, wie bekannt, nur bezüglich einer beschränkten Anzahl von Verbindungen genügen (Wasser, Alkohole, ätherische Oele, Kohlenwasserstoffe u. s. w.), ist genau das umgekehrte Verhältniss beim Glase vorhanden, d. h. das Glas ist gegenüber der Mehrzahl der Substanzen chemisch indifferent, aber ein schlechter Wärmeleiter. Dem aus der letztgenannten Eigenschaft des Glases sich ergebenden Uebelstand, kann man allerdings dadurch entgegenwirken, dass man das Kühlgefäss möglichst dünnwandig macht, wobei man indessen durch die sehr geringe Stossfestigkeit des Glases sehr bald, namentlich bei grösseren Kühlern, an der zulässigen Grenze angelangt sein wird.

Als eigentliche Kühlsubstanz, welche das Condensationsgefäss äusserlich umgibt und die dem Dampf durch die Condensatorwände entzogene Wärme aufnimmt, werden bekanntlich fast ausschliesslich Luft und Wasser verwendet und man kann darnach Luft- und Wasserkühler unterscheiden.

Da die Wärmecapazität der Luft, bezogen auf das Volumen sehr gering ist, so ist auch die Anwendbarkeit der Luftkühler ziemlich beschränkt und sind sie im Allgemeinen nur dort zu gebrauchen, wo hoch siedende Flüssigkeiten vorliegen, die Menge der zur Destillation gelangenden Substanz gering ist, wo es sich um Abkühlung der Dämpfe, nicht aber um ihre völlige Verdichtung handelt, u. s. w. Es ist vielleicht nicht unzweckmässig darauf hinzuweisen, dass bei allen gebräuchlichen Wasserkühlern eine partielle Luftkühlung und zwar in dem, zwischen der Mündung des Kochgefässes und dem vom Wasser umhüllten Kühler, gelegenen Verbindungsstück zur Anwendung kommt.

Wie ausgezeichnet sich das Wasser zur Kühlsubstanz eignet, braucht nicht besonders hervorgehoben zu werden. Es genügt daran zu erinnern, dass ihm von den bekannten Körpern die grösste specifische Wärme zukommt, und dass sein geringes Wärmeleitungsvermögen wegen

seiner sonstigen Eigenschaften, die es im tropfbarflüssigen Zustande besitzt, ausser Betracht bleiben kann. Wie alle tropfbarflüssigen Körper gestattet es überdies durch sehr einfache, an dem Kühler anzubringende Vorrichtungen seine stetige Erneuerung mit einer dem Bedarfe entsprechenden Geschwindigkeit, wodurch der Constructeur in die Lage kommt, das zur Aufnahme des Kühlwassers bestimmte Gefäss auf relativ geringe Dimensionen zu reduciren. Durch diesen Hinweis erscheint die sechste der früher aufgestellten Regeln in einer dem vorliegenden Zwecke entsprechenden Weise berücksichtigt.

---

Versucht man die allgemeinen Erörterungen, welche im Vorstehenden über die, bei der Verdichtung von Dämpfen in Betracht kommenden Verhältnisse gemacht wurden zusammenzufassen und für die Construction eines Kühlers zu verwerthen, so lässt sich sagen:

1. Ein Kühler wird bei gleicher Construction um so grösser sein müssen, je grösser die Menge des in der Zeiteinheit entwickelten Dampfes, dessen latente Verdampfungswärme, die specifische Wärme des Destillates sind und je niedriger der Siedepunkt der zu destillirenden Flüssigkeit liegt.

2. Von zwei Kühlern wird derjenige der wirksamere sein, bei welchem die Oberfläche im Verhältniss zum Rauminhalt grösser ist und dessen Materie die Wärme besser leitet.

3. Die wirksamste und bequemste Kühlsubstanz ist unter sonst gleichen Umständen, bei den gewöhnlichen Verhältnissen das Wasser.

Selbstverständlich kann für keinen der vorstehenden Sätze der Anspruch der Neuheit erhoben werden; man kennt sie seit Langem und wendet sie seit langer Zeit an. Doch gerade deswegen schien es mir zweckmässig wieder einmal an sie zu erinnern um dadurch vielleicht zu Verbesserungen der jetzt gebräuchlichen Kühler anzuregen. Denn darüber, dass die letzteren in mancherlei Hinsicht verbesserungsbedürftig sind, werden alle jene einig sein, welche ihre chemischen Studien und Untersuchungen am Laborirtisch betreiben. Wie oft erweisen sich der Liebig'sche Kühler, der gläserne Schlangenkühler als unzulänglich in ihrer Wirkung? Welche Mühe macht es den Schlangenkühler, den Kühler von Gädda, selbst in seiner verbesserten Form, zu reinigen, u. s. w.

Aber auch darüber, dass die jetzt allgemein angewendeten Kühler verbesserungsfähig sind, kann kein Zweifel bestehen, und sind solche

Versuche auch gemacht worden. Schon der Schlangenkühler, bei welchem man das sehr lange Condensatorrohr (Kühlrohr) dadurch, dass man es schraubenförmig windet, in ein relativ kleines Kühlgefäß unterbringt, kann als eine Abart des Liebig'schen Kühlers angesehen werden, bei welcher man die Leichtigkeit der Reinigung der wirksamen Kühlung geopfert hat. Die Schwierigkeit, der man begegnet, wenn man die Kühlslange reinigen will, hat man dadurch zu beheben gesucht, dass man die Kühlröhre nicht schraubenförmig sondern im Zickzack anordnete und an den Biegungsstellen mit abnehmbaren Schrauben versah. Den Kühler von Gädda, welcher ein doppelwandiges Hohlgefäß repräsentirt, dessen Wände vom Hohlraum und vom Umfange aus, durch die Kühlflüssigkeit gekühlt werden, wurde durch Mitscherlich zerlegbar gestaltet, wodurch er leichter gereinigt werden kann und allgemeiner anwendbar wurde.

Wenn ich eine kurze Bemerkung richtig aufgefasst habe, welche sich in der zweiten Auflage des Handwörterbuches von Liebig, Poggen-dorff und Wöhler bei dem Artikel Destillation findet (2. Bd. 3. Abth. pag. 409) und zu deren Kenntniss ich erst während des Schreibens dieses Aufsatzes gelangt bin, dann kann auch der später zu beschreibende neue Apparat als eine Verbesserung des dort erwähnten Schrader'schen Apparates angesehen werden. Nach jener Notiz besteht der letztgenannte Kühler aus einer zinnernen Kugel an deren oberem Theile sich die Zuleitungsröhre befindet, während von ihrer unteren Hälfte dünne Röhren nach einem Gefässe laufen, in welchem sich das Destillat sammelt und abfließt. Gegen die Zweckmässigkeit der Vorrichtung wird sodann an demselben Orte hervorgehoben, dass er zwar, gleich dem Gädda'schen Apparate, die Dämpfe sehr gut verdichtet, das Destilat aber, bei etwas rascher Destillation sich nicht vollkommen abkühlt.

Die Aehnlichkeit des von mir ersonnenen Kühlers, den ich nun beschreiben will, mit dem Schrader'schen beschränkt sich darauf, dass auch ich, nicht eine einzelne, sondern ein ganzes System von sehr engen Kühlröhren verwende, welche in der nebenstehenden Zeichnung (Fig. 2 und 3) mit A bezeichnet sind. Jedes dieser Röhrchen hat bei den bis jetzt angefertigten Kühlern eine Länge von 25<sup>cm</sup> und einen lichten Durchmesser von 4—5<sup>mm</sup>. Sie sind mit ihren offenen Enden in die Metallplatten B und B, eingesenkt, durchbrechen diese und stellen so die Verbindung her zwischen den Räumen C und D. Diese letzteren formiren, wie aus den Fig. 1 und 2 ersichtlich ist, abgestutzte, steilwandige Kegel von etwa 4<sup>cm</sup> Höhe, welche an ihren freien Enden in 2<sup>cm</sup> lange cylindrische Ansätze übergehen. Ein Metallmantel, welcher

Fig. 1.

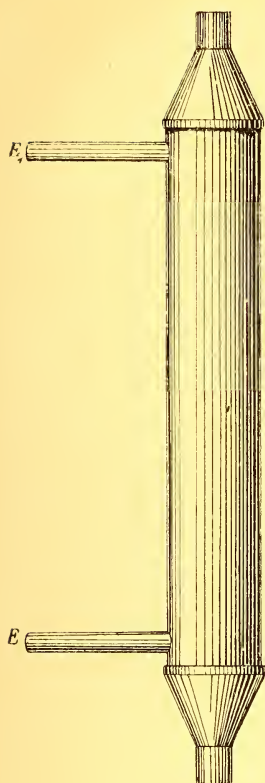


Fig. 2.

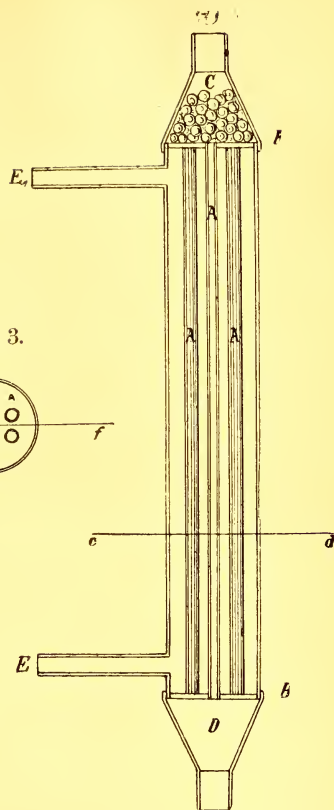


Fig. 3.



sich an die Platten B und B<sub>1</sub> anlegt, umhüllt, einen Cylinder bildend, das System der Kühlröhren vollständig. Der Mantel ist in der Nähe von B und B<sub>1</sub> zweimal durchbrochen und trägt an diesen Stellen die offenen Röhrenansätze E und E<sub>1</sub>, welche einen solchen Durchmesser haben, dass gewöhnliche Gasschläuche bequem darüber geschoben werden können. Die Anzahl der Condensationsröhrchen an den bisher ausgeführten Kühlern beträgt sieben und sind dieselben aus der in Fig. 3 ersichtlichen Weise symetrisch und so angeordnet, dass die Abstände zwischen den einzelnen Röhrchen untereinander und die der sechs äusseren von der inneren Metallfläche gleich sind. Der ganze Kühler ist aus Kupfer hergestellt und sind alle Flächen mit welchen der Dampf und das Condensationsproduct in Berührung treten, gut verzinnt.

Beim Gebrauche erhält der Kühler lothrechte Stellung. Man füllt ein für allemal, die obere Kammer C mit grossen Perlen aus weissem Glase, welche einen solchen Durchmesser haben, dass sie in die Röhr-

chen A nicht eindringen können, setzt diese Kammer mit dem Kochgefässe und die Kammer D mit der Vorlage in Verbindung, verbindet E mit der Wasserleitung und E<sub>1</sub> mit dem Wasserabfluss etc. etc. Der Zweck der einzelnen Theile, die Anordnung derselben u. s. w. ergibt sich, streng genommen, aus den früher entwickelten allgemeinen Bemerkungen, ist aber auch mit wenigen Worten dargethan:

Durch die Verwendung eines ganzen Systemes enger Kühlröhrchen statt eines einzigen Kühlrohres von entsprechend grossem Durchmesser wird das Verhältniss zwischen Kühlfläche und Rauminhalt des Condensators den früher entwickelten Ansichten entsprechend, günstig gestaltet und es kann bei höheren Anforderungen die Capacität des Kühlers, ohne seine Länge bis zur Unbequemlichkeit oder den Durchmesser der Kühlröhrchen bis zur Unwirksamkeit zu steigern, dadurch vermehrt werden, dass man die Anzahl der Kühlröhrchen entsprechend erhöht.

Ich verwende, wie bereits gesagt, bis jetzt ausschliesslich Kühler mit sieben Röhrchen und haben derartige Kühler, wie ich später zeigen werde, selbst sehr weitgehenden Anforderungen vollkommen genügt.

Die Form der Röhrchen und der Kammern C und D gestattet die Reinigung des Kühlers mittelst Bürste etc. in der einfachsten Weise.

Das Ausfüllen der Kammer C mit Glasperlen soll die möglichst gleichmässige Vertheilung des in die Kammer eintretenden Dampfes auf die sieben Kühlröhrchen bewirken und wird dieser Zweck auch sehr vollständig erreicht. Umgangen kann dieses Mittel nach meinen Erfahrungen kaum werden, und ich zweifle nach den gemachten Wahrnehmungen nicht daran, dass z. B. die Wirksamkeit des Gädda'schen Kühlers durch eine ähnliche Einrichtung wesentlich erhöht werden könnte. Bezüglich der thatsächlichen Brauchbarkeit des neuen Kühlers könnte ich mich mit der allgemeinen Bemerkung begnügen, dass sich derselbe während eines fast zweijährigen Gebrauches in meinem Laboratorium bei der Destillation von Alkohol, Aether, Benzol etc. vorzüglich bewährt hat und dass derselbe von meinem verehrten Freunde Prof. Weselsky in Wien nach längerem Gebrauche sehr günstig beurtheilt wurde. Ich will mich indessen damit nicht begnügen, sondern aus meinen überaus zahlreichen Beobachtungen, noch einige besondere Daten mittheilen, die ich ohne alle Voreingenommenheit ausgewählt habe.

I. Bei der Destillation von 400 c. c. eines Weingeistes von 83 % Gehalt wurden in 30 Minuten 266 c. c. übergezogen und hiebei 15 Liter Kühlwasser von der Temperatur 21.7° aufgewendet. Die Lufttemperatur betrug während der Dauer des Versuches 24.4 und das Destillat bei wiederholten Ablesungen des Thermometers constant 23° C.

II. 350 *c. c.* Aether wurden in 17 Minuten bei einer Lufttemperatur von  $24.8^{\circ}$  destillirt und dabei 325 bis  $330^{\text{cl}}$  Destillat erhalten. Dieses letztere zeigte die Temperatur des Kühlwassers, nämlich  $21.7^{\circ}$ . Der Verbrauch an Kühlwasser betrug 12 bis 13 Liter. Unter den angegebenen ziemlich ungünstigen Umständen gingen demnach 20—25 *c. c.* Aether verloren, in welchen Verlust indessen auch der im Siedegefäß zurückgebliebene Antheil einbezogen ist.

III. Unter sonst ähnlichen Verhältnissen wie bei II., doch mit einem Kühlwasser von der Temperatur  $7-8^{\circ}$ , wurden 910<sup>gr.</sup> Aether destillirt und bei der rasch geleiteten Destillation 900<sup>gr.</sup> Destillat erhalten, so dass von einem Verluste kaum mehr die Rede sein kann.

IV. Bei einem anderen Versuche, welcher genau unter den bei III. angegebenen Umständen ausgeführt wurde, konnten 676<sup>gr.</sup> Aether 671<sup>gr.</sup> als Destillat wiedergewonnen werden.

V. Benzol und zwar der aus käuflichem Producte durch Erstarren abgeschiedene Antheil wurde, wie bei den früheren Versuchen der Weingeist und der Aether, auf dem Wasserbade in einem Kolben von  $\frac{1}{2}$  Liter Inhalt ins lebhafte Sieden versetzt und der Benzoldampf in den neuen Kühler geleitet, welcher mit Wasser von etwa  $4^{\circ}$  gekühlt wurde. Bei etwas stärkerem Zuflusse des Kühlwassers war die Kühlung so intensiv, dass das Benzol im Kühler erstarrte und die Kühlröhrchen verlegte.

---

Ergibt sich aus den vorstehenden Angaben der Grad der Brauchbarkeit des neuen Metallkühlers in ziemlich verlässlicher Weise, so erleidet jedoch seine Anwendbarkeit durch das Material, aus dem er gefertigt ist, eine wesentliche Einschränkung selbst dann, wenn seine Innenwandung, wie ich zu thun beabsichtige, einen galvanischen Ueberzug von Silber oder Platin erhält. Keines der beiden Metalle vermag für alle Fälle das Glas zu ersetzen und es fragt sich nur ob es möglich sein wird das Glas für die neue Kühlerform mit Erfolg zu verwenden? Nach einem von mir in dieser Richtung angestellten Versuche erscheint mir das möglich und ich will bemerken, dass ich mit einem allerdings ziemlich unvollkommenen Glasapparat, welcher vier Kühlröhrchen besass, bei mehreren Destillationen ziemlich befriedigende Resultate erzielte.

---

## II. Theil.

Wenn der im I. Theile dieser Abhandlung beschriebene neue Kühler für die Destillation im Allgemeinen einiges Interesse beanspruchen darf, so will ich im Folgenden einen Apparat beschreiben, der mir bei der fractionirten Destillation ganz erhebliche Dienste erwiesen hat und welcher sowohl wegen seiner Wirksamkeit, als auch wegen der Einfachheit der Hilfsmittel aus denen er hergestellt werden kann einer allgemeineren Verbreitung werth ist. Um über die demselben zu Grunde liegende Idee möglichste Klarheit zu erlangen, sei daran erinnert, dass man schon seit einiger Zeit die Anwendung von Retorten bei der fractionirten Destillation verwirft und dieses Experiment mit Kolben, deren Hälse durch Anbringung von Aufsätzen verlängert werden können, ausführt. Der Kolbenhals und der an demselben angebrachte Aufsatz, wirken auf einen Theil des aufsteigenden Dampfes, wie ein mit Luft gekühlter Rückflusskühler, d. h. die Wände der beiden genannten Theile des Apparates entziehen, ihre eigene Temperatur erhöhend, dem Theil des Dampfes welcher mit ihnen in Berührung tritt, einen Theil der Wärme, wodurch er verdichtet wird, falls hiebei seine Temperatur unter seinen Siedepunkt herabsinkt und es fliesst sodann die condensirte Substanz in das Siedegefäss zurück. Diese Verdichtung wird beim Destilliren eines Gemisches zweier Flüssigkeiten, die wir mit A und B bezeichnen, und von denen wir annehmen wollen, dass der Siedepunkt der Flüssigkeit A niedriger liegt als jener von B, zuerst den Dampf der Flüssigkeit B treffen. Die Wände des Kolbenhalses und des Aufsatzes selbst, werden, durch die Luft äusserlich gekühlt, bei gleichmässig fortdauerndem Sieden allmählig ebensoviel Wärme an die Luft abgegeben, als sie dem Dampfe entziehen und es wird sich in Bezug auf die Temperatur derselben ein Gleichgewichtszustand herausbilden, bei welchem jedem Theile des Halses, respective des Aufsatzes ein bestimmter Temperatursgrad eigen sein wird und der, wie leicht einzusehen, in dem an das Siedegefäss unmittelbar ungeschlossenen Theil am höchsten sein und gegen das andere Ende des Halses und Aufsatzes allmählig abnehmen wird. Ist nun die Temperatur der Wände an diesem anderen Ende gleich dem oder höher als der Siedepunkt der Flüssigkeit A, dann wird aller Dampf dieser Flüssigkeit unverdichtet in den eigentlichen Kühler des Destillirapparates gelangen, während von dem Dampfe der Flüssigkeit B alle mit den Wänden des Halses und Aufsatzes in Berührung kommenden Antheile verdichtet werden und in das Siedegefäss zurückfliessen. Die anderen Antheile aber,

von der Substanz B, bei welchen ein solcher Contact nicht stattfindet, werden mit dem Dampf der Flüssigkeit A in dem Kühler verdichtet etc.

Wie viel von B mit A in die Vorlage übergehen und wie viel in das Siedegefäß zurückfließen wird, das wird von verschiedenen Momenten abhängig sein, wie z. B. 1. von dem Gewichtsverhältniss in welchem A und B in der Flüssigkeit enthalten sind, 2. von dem Unterschiede in ihren Siedepunkten, 3. von der Zeit, welche der Dampf zum Passiren des Kolbenhalses und Aufsatzes benöthigt, also von dem Verhältniss zwischen der in der Zeiteinheit entwickelten Dampfmenge und dem Rauminhalt von Kolbenhals und Aufsatz, 4. von dem Verhältnisse zwischen diesem Rauminhalt und der Oberfläche der beiden genannten Theile des Apparates u. s. w.

Von diesen beispielsweise aufgezählten Punkten sollen 1 und 2 als für den vorliegenden Zweck von unwesentlicher Bedeutung, ausser Betracht bleiben und bezüglich des Punktes 3 nur darauf hingewiesen werden, dass es der Experimentator ganz und gar in seiner Gewalt hat, die Dampfentwicklung während der Ausführung des Versuches zu regeln.

Beim Punkte 4 darf nicht ausser Acht gelassen werden, dass der Kolbenhals und der Aufsatz Cylinder mit kreisförmigem Querschnitte darstellen und dass uns eigentlich das Verhältniss zwischen der Mantelfläche, d. i. der Kühlfläche des Rückflusskühlers und dem Rauminhalt desselben aus Gründen interessirt, welche wir schon im ersten Theile dieser Abhandlung zu würdigen Gelegenheit hatten. Schon dieser Hinweis wird genügen um darzuthun, dass für die Dimensionirung, Gestaltung etc. der Fractionirungsaufsätze ähnliche Verhältnisse, wie bei den Kühlern in Betracht kommen. Doch wird der Umstand zu berücksichtigen sein, dass es sich hier nicht, wie bei den Kühlern, darum handelt, den Dampf vollständig zu verdichten und das Condensationsproduct stark abzukühlen, sondern allein darum, einen Theil des Dampfes in den tropfbarflüssigen Zustand zurückzuführen, wodurch dann das Dampf-volumen auch nur um eben diesen Theil verringert wird. Und unter diesem Gesichtspunkte und bei dem Umstande, als sich Condensationsproduct und Dampf innerhalb des Aufsatzes etc. in entgegengesetzter Richtung bewegen, wird man in dem Bemühen, die Wirksamkeit des Aufsatzes durch Verminderung seines Durchmessers zu erhöhen, sehr bald an der zulässigen Grenze angelangt sein, wenn man nicht dazu gelangen will, durch fortwährende Unterbrechung der Destillation behufs Zurückbeförderung des Condensationsproductes aus der capillaren Aufsatzröhre in das Siedegefäß, durch sehr langsame Dampfentwicklung etc. das Experiment überaus zeitraubend zu gestalten.

Man wird demnach bei Verfolgung des angedeuteten Zieles noch andere Hilfsmittel in Combination ziehen müssen und als ein derartiger Versuch kann der Vorschlag angesehen werden den Aufsatz an mehreren Stellen kugelförmig zu erweitern, wodurch die Geschwindigkeit des Dampfstromes vermindert und dementsprechend die Dauer der abkühlenden Wirkung der Gefässwände auf den Dampf vermehrt wird.

Gegen die Zweckmässigkeit dieses Vorschlages kann, in Hinblick auf die früheren Ausführungen, eingewendet werden, dass kugelförmige Hohlgefässe stets zu den am wenigsten wirksamen Kühlvorrichtungen gehören, da bei ihnen das Verhältniss zwischen Kühlfläche und Rauminhalt sehr ungünstig ist.

Besser bewährt hat sich die Anwendung engmaschiger Platinetzchen, welche den Aufsatz an mehreren Stellen im Querschnitt durchsetzen und so, da sie aus einem sehr guten Wärmeleiter bestehen, die Temperatur der Gefässwand, die sie federnd berühren, in das Innere verlegen. Der Dampf ist beim Durchziehen durch das Netz gezwungen sich in eine grosse Anzahl äusserst dünner Säulchen aufzulösen, welche mit dem gutleitenden Draht des Netzchens in Berührung stehen und erscheint demnach leicht verständlich, dass durch diese von Linnemann erdachte Vorrichtung, die Scheidung der Substanzen nach ihren Siedepunkten, bei gut geleiteter Destillation, sehr vollständig sein muss, und zwar insbesondere deshalb, weil die erste Wirkung der Netzchen sehr bald durch das Condensationsproduct verstärkt wird. Dieses sammelt sich nämlich unter der Mitwirkung des aufsteigenden Dampfes auf den, wie gesagt, sehr engmaschigen Netzchen und die sich alsbald bildenden Flüssigkeitssäulchen wirken auf den aufsteigenden Dampf, mit dem sie in die innigste Berührung tretend, wie die Netzchen selbst, fractionirend, wobei der Dampf förmlich filtrirt wird. Ist indessen das Ansammeln der Flüssigkeit auf dem Netz nach der einen Richtung sehr erwünscht, so wird dies nach anderer Richtung dadurch unbequem, dass man gezwungen ist, wenn die Menge der Flüssigkeit auf den Netzchen grösser geworden ist, die Operation zu unterbrechen, um das Condensationsproduct wieder in das Siedegefäss zurückzuführen. Und da dies sehr häufig geschehen muss, so ist dies ganz unfraglich ein lästiger Uebelstand, welchen man in verschiedener Weise zu beheben gesucht hat. Ich erwähne diesbezüglich nur die Vorschläge von Le Bel und Henniger (Berliner Berichte 1874, p. 1084), von Glinsky (Journal der russ. chem. Gesellschaft 6. Bd., p. 312), von A. Belohoubek (Zeitschrift für analyt. Chemie 1881, p. 517), von F. D. Brown (Journal of the chem. society 1880, p. 49). Belohoubek hat, durch einen auch

von Brown benützten Gedanken, die in ihrer Wirkung vortreffliche, aber sehr gebrechliche und schwer zu reinigende Glinsky'sche Dephlegmatoröhre, wie mir scheint, wesentlich verbessert; doch besitze ich darüber keine eigene Erfahrung.

Auf einem, wesentlich anderen Princip als die im Vorstehenden genannten Apparate basirt derjenige von Warren de la Rue, welcher für das Arbeiten im grösseren Maasstabe sich ganz besonders eignet. Seine Eigenthümlichkeit besteht bekanntlich darin, dass die aus dem Siedegefäss aufsteigenden Dämpfe, bevor sie in den eigentlichen Kühler gelangen, gezwungen sind, ein als Rückflusskühler angeordnetes Schlangrohr von entsprechender Länge zu passiren, welches in einem cylindrischen Gefäss untergebracht ist und durch eine erwärmte Flüssigkeit oder durch den Dampf einer constant siedenden Flüssigkeit auf einer Temperatur erhalten wird, welche gleich oder wenig höher ist als der Siedepunkt des flüchtigsten Antheiles des zu fractionirenden Gemisches. Die Wirkungsweise des Apparates und seine Schattenseiten brauchen nicht erörtert zu werden. Es genügt der Hinweis auf das im I. Theil über den Schlangenkühler Gesagte.

Bei der nun zu beschreibenden, neuen Vorrichtung habe ich mich von dem Gedanken leiten lassen, dass bei der Fractionirung nicht allzu grosser Flüssigkeitsmengen der gewöhnliche cylindrische Aufsatz aus Glas, ohne ihn bis zur Unbrauchbarkeit zu verlängern, dann befriedigend wirken müsse, wenn es gelänge sein Inneres in der ganzen Länge in eine Anzahl dünner, unter einander communicirender Säulchen zu zerlegen, deren Wände aus einem gut leitenden Material gebildet, mit der Innenseite des Glasaufsatzes in ausgedehnter Berührung ständen und gewissermassen die Mantelfläche desselben vervielfachten, wodurch den aufsteigenden Dämpfen eine ausgiebige Kühlfläche dargeboten würde.

Ich habe dieses Ziel in einfacher Weise durch dünne Bleche aus Kupfer, Silber oder Platin erreicht, welche in der aus der Zeichnung (Fig. 5 und 6) ersichtlichen Weise über Zündhölzchenspähne etc. gebogen wurden. Diese Bleche in den Glasaufsatz geschoben, legen sich federnd an seine Innenwand an, erfüllen ihn in seiner wirksamen Länge und zerlegen den Hohlraum, der Absicht entsprechend, in eine grosse Anzahl parallel laufender Räume, deren Wände in Bezug auf Temperatur eine hinlängliche Uebereinstimmung zeigen. Der Apparat bedarf keiner weiteren Beschreibung da er nach der Zeichnung jedem verständlich sein muss.

Fig. 4.

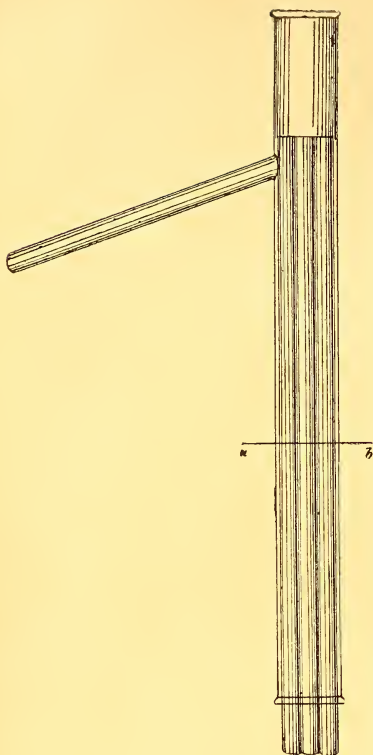


Fig. 5.



Fig. 6.



Fig. 7.



Ueber seine Verwendbarkeit mag das Folgende einige Anhaltspunkte liefern :

Versuch I. Angewendet wurde eine Platinblecheinlage von 13 cm. Länge und der zur Destillation verwendete Weingeist hatte einen Gehalt von 42% Alkohol. Bei ziemlich rasch geleiteter Destillation wurde ein Destillat von 83% und ein Rückstand von 1% Alkohol erzielt.

Versuch II. 1000 c. c. Weingeist von 23.5% Alkoholgehalt lieferten nach zweistündiger Destillation 181<sup>cm</sup>. Destillat von 81% und einen Rückstand von 10% Alkoholgehalt. Dieser Rückstand neuerlich destillirt gab nach 2½ stündiger Destillation 90 c. c. Destillat von 72—73% Alkoholgehalt und einen Rückstand von etwa 2%.

Versuch III. Mit der bei I und II verwendeten Einlage wurden 350 c. c. Weingeist von 22—23% Alkoholgehalt destillirt. Die Destillation dauerte zwei Stunden und resultirten 95 c. c. Destillat von 75% und ein Rückstand von etwa 1% Alkoholgehalt.

Die vorstehenden Daten wurden vor etwa 1 $\frac{1}{2}$  Jahren am Beginn meiner diesbezüglichen Versuche erhalten.

Seither wurden in meinem Laboratorium Blecheinsätze von Platin, Silber und Kupfer bei der Destillation von Methyl- und Aethylalkohol, von Fuselöl, von Petroleum, Handelsbenzin, Anilin etc. und zwar stets mit überaus befriedigendem Erfolge benützt; alle dabei gemachten Wahrnehmungen und Urtheile kennzeichnen die neue Vorrichtung als sehr brauchbar und ich hoffe über manche Beobachtungen, welche ich namentlich beim Fuselöl gemacht habe, in einiger Zeit berichten zu können. Jetzt will ich nur noch anführen dass ich die Adjustirung des Aufsatzes in verschiedener Weise modificirt habe. So habe ich mit gutem Erfolge, statt einer einzigen Blecheinlage fünf und mehr kurze von je 2<sup>cm</sup>-Länge, welche in kleinen Abständen im Inneren der Röhre angebracht sind, angewendet.

Der Glasaufsatz, wurde für Destillationen in grösserem Umfange aus zwei verschieden weiten, unter einander mit Kork verbundenen Theilen zusammengesetzt. Ueber beide Modificationen gibt die Fig. 7 genügenden Aufschluss.

Brünn, Laboratorium der allgemeinen und analytischen Chemie.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Verhandlungen des naturforschenden Vereines in Brünn](#)

Jahr/Year: 1882

Band/Volume: [21\\_1](#)

Autor(en)/Author(s): Habermann J.

Artikel/Article: [Ueber Destillationsapparate und einige Neuerungen an denselben 51-67](#)