

Bestimmung und Ablesung in demselben Gefäß vorgenommen wird, hat zur Folge, daß Fehlerquellen nach Möglichkeit vermieden werden.

Es ist zu betonen, daß man sich möglichst genau an die angegebenen Mengenverhältnisse und Säurekonzentrationen zu halten hat. Das Volumen des Apparates ist so gewählt, daß die Gesamtmenge der zuletzt darin befindlichen Schwefelsäure genügt, um die Abschwächung der Konzentration durch den Wassergehalt der Nitriersäure und das beim Nitrieren gebildete Wasser bedeutungslos zu machen. Bei Anwendung von weniger Schwefelsäure würde sich der Wassergehalt in der Art störend bemerkbar machen, daß die Trennung von Nitroprodukten und Nichtnitrierbarem weniger glatt vor sich ginge, indem ein Teil der Nitroprodukte sich der Schwefelsäure entzöge und dem Nichtnitrierbaren beimische.

Die Schwefelsäure soll also möglichst 94–95% ig sein und die Salpetersäure 70% ig. Bei Anwendung stärker konzentrierter Säuren bilden sich leichter Binitrokörper, welche in Schwefelsäure weniger gut löslich sind als die Mononitroverbindungen, und daher im unangegriffenen Öl gelöst bleiben oder sich in festem Zustande ausscheiden und Anlaß zu Emulsionen beim Absetzen geben können. Außerdem würde dadurch die Salpetersäure, deren Menge für die Bildung von im wesentlichen Mononitroprodukten berechnet ist, zu schnell verbraucht, so daß ein Teil der Kohlenwasserstoffe zu weitgehend, ein Teil aber gar nicht nitriert würde.

Davon, daß bei richtig ausgeführter Bestimmung die nichtnitrierten Kohlenwasserstoffe nur ganz geringe Mengen von Nitroprodukten enthalten, kann man sich dadurch überzeugen, daß man dieselben mit einer neuen Menge konz. Schwefelsäure durchschüttelt. Man muß dann längere Zeit, etwa 2 Stunden, absetzen lassen. Hebt man nun die Schwefelsäure ab und gießt sie auf Eis, so entsteht nur eine Trübung, aus der sich höchstens Spuren von Öl absetzen. Auf das eben erwähnte längere Absitzenlassen ist besonders zu achten, denn Petroleum bleibt oft in kleinen Mengen sehr lange in Schwefelsäure emulsiert, auch wenn sich bald eine Scheidelinie bildet, und die Schwefelsäureschicht fast klar aussieht.

Die nichtnitrierten fetten Öle geben die Nastjukoffsche Formolitreaction nicht mehr und ihre Jodzahls = 0.

Um sich von der Schwerlöslichkeit der fetten Kohlenwasserstoffe in konz. Schwefelsäure und ihrer Indifferenz gegen Salpetersäure auch bei wiederholter Behandlung zu überzeugen, kann man folgenden Versuch machen: Man mißt 60 ccm Nichtnitrierbares, wie es bei diesen Bestimmungen erhalten wurde, ab und unterzieht es einer neuen Operation, genau wie vorher, indem man es also in Eiswasser mit Nitriersäure behandelt, mit Schwefelsäure auffüllt und abliest: von den angewandten 60 ccm wird man etwa 59 ccm zurückerhalten, entsprechend der geringen Löslichkeit (s. oben).

Was die beim Nitrieren herrschende Temperatur anlangt, so beträgt dieselbe bei Innerehaltung der angegebenen Arbeitsweise nicht über 10–12°. Dabei finden Bildung von Binitroprodukten und andere Nebenreaktionen nur in geringem Maße statt, wenn Leuchtölfractionen nitriert werden. Noch geringer ist diese Gefahr bei Benzinfraktionen, und sogar das Nitrieren bei höherer Temperatur als 10–12° wäre hier weniger bedenklich, aber es ist der Sicherheit halber doch zu empfehlen, sich auch für Benzin an die gegebene Vorschrift zu halten.

Bei Benzin tritt der Vorteil, daß die ganze Bestimmung bis zu Ende in demselben Gefäß ausgeführt wird, insofern noch besonders zutage, als die geführten Verdunstungsverluste beim Umgießen, mit denen man sonst immer zu rechnen hat, wegfallen, so daß die Methode bei Benzin ebenso genaue Resultate ergibt wie bei Leuchtöl.

Bezüglich des Apparates sei noch darauf aufmerksam gemacht, daß das Ablaufrohr des Tropftrichters die aus der Skizze ersichtliche Länge haben muß, damit die Nitriersäure direkt in die Flüssigkeit eintropft. Bei zu kurzem Ablaufrohr gelangen die Tropfen zuerst in den Hals und reagieren mit heraufgespritzten Flüssigkeitsteilen an diesen von der Hand umfaßten und daher erwärmten Stellen, wodurch Nebenreaktionen stattfinden können.

Die Ergebnisse, welche bezüglich des Gehalts der verschiedenen Petroleumsorten an aromatischen Kohlenwasserstoffen nach der Methode erhalten worden sind, sollen hier nicht im einzelnen wiedergegeben werden.

Sie würden auch aus dem Grunde nicht als beweiskräftig gelten können, weil keine andere genaue Methode zur Bestätigung der Resultate zur Verfügung steht.

Um Beleganalysen zu erhalten, mußte man sich daher künstliche Mischungen aus „Nichtnitrierbarem“ mit „Nitrierbarem“ herstellen. Als Nichtnitrierbares wurde in allen Fällen das aus Petroleum nach der Methode gewonnene Produkt verwandt, als Nitrierbares die aromatischen Kohlenwasserstoffe Benzol, Toluol und Xylol. Bei Anwendung von Cumol, wenn es nicht ganz rein ist, erhält man mitunter Emulsionen, es eignet sich also weniger gut. Dagegen sind bei Nitrierung der Leuchtölfractionen von natürlichen Erdölen niemals störende Emulsionen beobachtet worden, auch nicht bei recht unreinen Destillaten, obwohl in denselben doch auch Cumole enthalten sind. Die Ursache des abweichenden Verhaltens des Steinkohlenteerumols ist wohl gewissen Teerverunreinigungen zuzuschreiben.

Nachstehende zwei Beispiele mögen als Beleganalysen dienen:

1. 54 ccm „Nichtnitrierbares“ aus vorangegangenen Versuchen, 6 ccm Xylol (gleiche Teile Meta- und Paraxylol) geben, mit 45 g Nitriersäure in der beschriebenen Weise nitriert und weiter behandelt, 53 ccm Nichtnitrierbares zurück. Hierzu 1 ccm hinzugezählt, entsprechend der geringen Löslichkeit des Produktes in Schwefelsäure (s. oben) ergibt:

Angewandt: 54 ccm = 90% Nichtnitrierbares, 10% Nitrierbares.

Gefunden: 54 ccm = 90% Nichtnitrierbares, 10% Nitrierbares.

2. 48 ccm Nichtnitrierbares, gleiches wie bei Beispiel 1, und 12 ccm Xylol geben, wie oben behandelt:

46,5 ccm Nichtnitrierbares; hierzu 1 ccm hinzuaddiert, gibt 47,5 ccm Nichtnitrierbares.

Angewandt: 48 ccm = 80% Nichtnitrierbares, 20% Nitrierbares.

Gefunden: 47,5 ccm = 79% Nichtnitrierbares, 21% Nitrierbares.

Die Einfachheit der Ausführung, welche selbst wenig geübten Händen die Erlangung zuverlässiger Resultate gestattet, sowie die allgemeine Anwendbarkeit auf Benzin- und Leuchtölfractionen jeder Provenienz, endlich der geringe Zeitaufwand von 30 bis 40 Minuten für jede Bestimmung (abgesehen von dem mehrstündigen Stehenlassen zur Ablesung), dürften die Erwartung gestatten, daß durch die Methode einem in der Mineralölindustrie schon lange gefühlten Bedürfnis abgeholfen sein wird. [A. 53.]

Verwendung des Acetylens als Heizquelle im chemischen Laboratorium.

Von Ing. NAUMANN.

Für die Arbeiten im chemischen Laboratorium ist der Bunsenbrenner unentbehrlich. In normalen Zeiten gab es fast überall Steinkohlengas, so daß die bequeme Hitzequelle des Bunsenbrenners in unseren Laboratorien etwas Selbstverständliches war. Erst die neuere Zeit mit der Materialnot auf allen Gebieten, dem Gasmangel und den Gassperrstunden ließ den Bunsenbrenner erst wertvoll erscheinen, als man ihn nicht mehr so wie früher ohne jede Einschränkung gebrauchen konnte. Eine andere gleich bequeme und wirksame Heizquelle gab es nicht.

Das Acetylen, das eine etwa 4 mal so große Heizkraft als das Steinkohlengas hat, war für die Arbeiten im chemischen Laboratorium nicht anwendbar, da die erzeugte Flamme stark rußte, und es eine Einrichtung für bequeme einfache Erzeugung des Acetylens nicht gab. Neuerdings ist aber diesen Mängeln abgeholfen. In dem „Stösselschen Gaserzeuger“, der in zahlreichen Laboratorien wohl bekannt ist, haben wir einen bewährten, in der Praxis erprobten Apparat, der Acetylen in jedem Raum gefahrlos herzustellen gestattet. Der Apparat besteht aus drei Teilen, dem Wasserkessel, dem Carbidbehälter nebst Traggestell und der Gasauffangglocke mit Hahn. Der Carbidbehälter ist so eingerichtet, daß man nicht mehr auf die früher üblichen Carbidpatronen angewiesen ist, sondern gewöhnliches Stückcarbid benutzen kann; er faßt nur bis zu 2 kg Carbid, so daß die Benutzung des Apparates keinerlei polizeilicher Genehmigung bedarf. Nach Füllung des Carbidbehälters wird die Gas-auffangglocke über ihm befestigt und beide zusammen in den halb mit Wasser gefüllten Wasserkessel nach vorherigem Öffnen des Hahnes eingestellt. Die Luft entweicht aus der Gasglocke infolge des eindringenden Wassers und der einsetzenden Gasentwicklung. Macht sich der Geruch des Acetylens bemerkbar, so wird der Hahn geschlossen. Die weitere Gasentwicklung kann nur solange fortschreiten, als Gas entnommen wird. Bei geschlossenem Hahn drückt das Gas im Innern der Glocke das Wasser heraus, das Carbid wird trocken gelegt, und die Gasentwicklung hört von selbst auf. In diesem Zustand kann der Apparat ohne Gasverlust tage- oder wochenlang stehen bleiben, er liefert sofort wieder Gas, sobald man den Hahn öffnet. Der Apparat wirkt völlig selbsttätig und bedarf keiner besonderen Wartung oder Regulierung. Nur muß man die Wasserstandshöhe während der Gasentnahme beachten, damit sich nicht bei fortschreitendem Carbidverbrauch zu wenig Wasser im Kessel befindet oder Wasser überläuft, wenn bei Abstellung des Verbrauchs Wasser aus der Gasglocke in den Kessel zurückgedrückt wird.

Auch der zweite Mangel, nämlich der an einem für Acetylen geeigneten Brenner, ist behoben. Es ist durch eine besondere Düsenbauart gelungen, einen äußerlich dem gewöhnlichen Bunsenbrenner ähnlichen Brenner herzustellen, der eine völlig rußfreie, entleuchtete Flamme von großer Heizwirkung erzeugt. Der Brenner bedarf dabei keiner besonderen Zuführung von Stickstoff oder gar Sauerstoff, sondern erhält die zum rußfreien Brennen nötige Luftzufuhr allein durch die Bauart der Düse. Seine Flamme läßt sich ohne weiteres durch Hahnstellung regeln. Dasselbe Prinzip ist auch für Kocher angewandt und hat sich auch da bewährt. Ein solcher Acetylenbunsenkocher wird ebenfalls in den chemischen Laboratorien erwünscht sein.

Der Stösselsche Apparat wird auch für die Chemiker von Nutzen sein, die nicht über stetige Gaszufuhr verfügen oder an Orten arbeiten, die keine Gasanstalt haben, z. B. in Zellstoff- und Zuckerfabriken. [A. 58.]