

Bestimmung der Kohlenwasserstoffe in technischen Gasen.

Von Dipl.-Ing. WOLLERS, Essen.

Vorgetragen am 10./12. 1921 im Bezirksverein Rheinland-Westfalen.

(Eingeg. 17./5. 1922.)

Die in brennbaren Gasen enthaltenen Kohlenwasserstoffe teilt man ein in die Kohlenwasserstoffe der Methanreihe und in die sog. „schweren Kohlenwasserstoffe“. Dieser Sammelbegriff umfaßt die ungesättigten Kohlenwasserstoffe der Äthylen- und Acetylenreihe, sowie die ringförmigen Kohlenwasserstoffe, die im dampfförmigen Zustande in den Gasen enthalten sind. Diese letzteren bestimmte man schon länger für sich durch Auswaschen mit Paraffinöl oder Ausfrieren. Sie lassen sich in der Gasanlage durch Herauslösen mit absolutem Alkohol quantitativ bestimmen. Man gibt sie dann als „dampfförmige Kohlenwasserstoffe“ getrennt an.

Herrn Prof. Erdmann gebührt die Priorität, in die Gasanalyse das Prinzip der Kondensation durch Abkühlung eingeführt zu haben¹⁾.

Ein einwandfreies Verfahren zur Trennung der einzelnen Gase ungesättigten Charakters ist zurzeit nicht bekannt. Im folgenden wird ein Verfahren beschrieben, um eine fraktionierte Trennung bei tiefer Temperatur durchzuführen.

Von der Behandlung der Äthylenkohlenwasserstoffe ist das Acetylen zu entfernen. Die Versuche ergaben, daß dieses mit einer Kalium-Quecksilber-Jodidlösung quantitativ zu erreichen ist.

Die Äthylenkohlenwasserstoffe werden quantitativ absorbiert durch konzentrierte Schwefelsäure, der etwas Vanadinsäure zugesetzt wird. Lebeau und Damiens glaubten eine Trennung der einzelnen Glieder durch stufenweise Anwendung von Schwefelsäure verschiedener Konzentration erzielen zu können. An Hand von Versuchen wird gezeigt, daß dieses nicht möglich ist.

Wie de Wilde und Lunge und Harbeck zeigten, läßt sich Äthylen gemischt mit überschüssigem Wasserstoff beim Überleiten über Palladiummoor in Methan überführen. Diese Versuche wurden wiederholt, und es wurde gefunden, daß Äthylen, Propylen und Butylen sich auf diese Weise bei Zimmertemperatur quantitativ in Äthan, Propan, Butan überführen lassen. Da sich diese Gase mittels der unten beschriebenen fraktionierten Destillation trennen lassen, können auch die grundsätzlichen Schwierigkeiten zur Trennung der Kohlenwasserstoffe der Äthylenreihe als überwunden betrachtet werden. Hat man verwinkelte Gasmischungen zu untersuchen, in daneben den Paraffinkohlenwasserstoffen auch Äthylen usw. enthalten sind, so verfährt man wie folgt: Man teilt die Gasmenge in zwei Teile, entfernt in dem ersten Teil die Äthylene mit Vanadin-Schwefelsäure und bestimmt die Paraffine. Den zweiten Teil behandelt man mit Wasserstoff über Palladiummoor und bestimmt wiederum die nunmehr darin enthaltenen Paraffine. Aus der Differenz zwischen 2 und 1 lassen sich Äthylen, Propylen, Butylen berechnen. Ohne eine Überführung in die Paraffine ist eine Bestimmung einstweilen noch nicht möglich.

Die Kondensationsanalyse:

Die Apparatur besteht im wesentlichen aus einem kugelförmigen Kondensationsgefäß und einer Quecksilberluftpumpe. Der Gang der Analyse ist folgender:

Angewandte Menge: 2 mal 100 ccm Gas,

a) zur Bestimmung der gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffe,

b) zur Bestimmung der gesättigten Kohlenwasserstoffe.

Das Gas wird in die Bürette überführt und unter Atmosphärendruck gestellt. Die Apparatur wird dann luftleer gepumpt, das Kondensationsgefäß durch flüssige Luft gekühlt, und das Gas in das Kondensationsgefäß geleitet. Nach 10 Minuten Kühlung beginnt man mit dem Abpumpen der einzelnen Fraktionen.

Fraktion I von -180° bis -190° . Sie enthält Sauerstoff, Wasserstoff, Kohlenoxyd, Methan, Stickstoff. Die Fraktion wird in einer Quecksilberpipette aufbewahrt und nach Drehschmidt verbrannt.

Fraktion II von -115° enthält Äthylen, Äthan, einen Teil des Propylens und Propan. Auch diese Fraktion wird in einer Quecksilberpipette aufbewahrt wie Fraktion I.

Fraktion III von Zimmertemperatur enthält den Rest von Propylen und Propan, Butylen und Butan.

Die 3 Fraktionen werden dann im Drehschmidtapparat verbrannt.

Zu b) 100 ccm werden wie bei a) verbrannt, Fraktion I wie bei a) abgepumpt.

Fraktion II wird bei Zimmertemperatur abgezogen.

Aus dieser Fraktion werden Kohlendioxyd, Acetylen und die Äthylenkohlenwasserstoffe absorbiert. Nach der Absorption wird das Gas abermals in den Fraktionierapparat eingeführt und in Fraktionen II und III wie bei a) zerlegt, denn Fraktion I ist bereits abgepumpt. Die Fraktionen werden ebenfalls verbrannt.

¹⁾ 1. Veröffentlichung mit H. Stolzenberg, Ber. d. d. chem. Ges. 43, 1702 ff. [1910].

Eine Reihe Beleganalysen zeigen, daß die fraktionierte Destillation ein vorzügliches Mittel zur Trennung der gasförmigen Paraffinkohlenwasserstoffe ist, eine unbedingte Zuverlässigkeit der Apparatur in bezug auf luftdichtes Schließen der Hähne vorausgesetzt. [A. 192.]

Neue Bücher.

Taschenbuch der mikroskopischen Technk. Von B. Romeis. Verlag R. Oldenbourg, München-Berlin. 9. u. 10. neubearbeitete, erweiterte Ausgabe des Taschenbuches der mikroskopischen Technik von Alexander Böhm u. Oppel. Grundpreis M 6, Teuerungszahl zurzeit 60

In der Neuauflage wurden die Kapitel über Knochen, Zähne und Muskeln übersichtlicher gestaltet, der Abschnitt über die Vitalfärbung auf Grund der neuesten Erfahrungen umgearbeitet. Ein Kapitel über das Messen mikroskopischer Präparate wurde hinzugefügt.

Das Buch soll die Aufgabe haben, als Nachschlagebuch zu dienen. Der reiche Inhalt ist in einen allgemeinen und in einen speziellen Teil übersichtlich gegliedert. Die Fülle der angegebenen Methode ist sehr groß; aber auch für die Wünsche des Anfängers ist gesorgt; denn der Verf. hat das Buch mit einem Anhang versehen, mit einer gedrängten Zusammenstellung der besten und einfachsten Methoden der Fixierung, Einbettung und Färbung. Alles in allem ein brauchbares Buch, das dem wissenschaftlichen Forscher gute Dienste leisten wird. J. Koch. [BB. 78.]

Maßanalyse. Von Dr. Otto Röhn. Mit 14 Figuren. Band 221 der Sammlung Götschen. 2. Auflage 96 S. Berlin u. Leipzig. Vereinigung wissenschaftlicher Verleger, Walter de Gruyter & Co. Preis M 48

Der Verf. gibt in diesem Werkchen eine sehr einfache, fast primitiv gehaltene Behandlung der Maßanalyse, so daß es in erster Linie für Studenten der Medizin, Landwirtschaft oder Pharmazie in Betracht kommt. Gegen die Darlegungen im einzelnen sind unter diesem Gesichtspunkt kaum wesentliche Einwendungen zu machen. Unrichtig ist die Deutung, die der Farbbänderung einer Kupferchloridlösung beim Verdünnen mit Wasser gegeben wird (S. 32) und demgemäß auch die Erklärung, die für die Wirkung der Indikatoren gegeben wird, insofern der Umlagerung keine Beachtung geschenkt ist. Die Bemerkung auf S. 12, daß die Kostspieligkeit der erforderlichen Apparate der ausgedehnten Anwendung der Elektrolyse hinderlich sei, hat nur bedingte Gültigkeit. In eine spätere Bearbeitung sollte doch wenigstens eine Andeutung aufgenommen werden, daß man nicht geeichten Geräten nicht unbedingt trauen darf und daß bei Gefäßen mit Ausguß die Ausflußzeit zu beachten ist. W. Böttger. [BB. 160.]

Bericht über ätherische Öle, Riechstoffe usw. Von Schimmel & Co., Miltitz. Ausgabe 1922.

Diese ausgezeichnete Gabe des bekannten Welthauses und Förderers der Wissenschaft von den natürlichen und künstlichen Riechstoffen wurde eben wieder versandt. Daß die Firma sich genötigt gesehen hat, mitzuteilen, daß sie unter dem Druck der schweren Zeit von jetzt ab die Berichte nur einmal jährlich herausgeben kann, ist begreiflich, betrüblich aber für die so freundlich Beschenkten das Ansuchen, die weitere Versendung erst zu erbitten, die Berichte wirklich zu benutzen und nicht achtlos fortzuwerfen, wie es, traurig genug, die „Fata“ auch solcher „Libelli“ sind. Welch ausgezeichnete Repertorien die Berichte für ihren Wissensbereich sind, ist zu sagen wahrlich nicht nötig. Dr. H. Schelenz. [BB. 172.]

Aus Vereinen und Versammlungen.

Deutsche Gesellschaft für Metallkunde.

Vom 14.—17. Oktober findet in Essen die Hauptversammlung statt. An Vorträgen werden gehalten: „Die elektrischen Schmelzöfen für Nichtisen-Metalle“ von Obergeringen Th. Metzger, Düsseldorf; „Das Pressen von Metallen“ von Dr.-Ing. A. Peter, Berlin; „Die Korrosion der Nichtisen-Metalle“ von Prof. Dr. W. Fraenkel, Frankfurt a. M.; „Die Verfahren zur Untersuchung der Metallstruktur mit Röntgenstrahlen“ von Dr. Schiebold, Berlin. Ferner werden eine Anzahl von Metallwerken (voraussichtlich Th. Goldschmidt, A.-G., Essen; Berzelius Metallhütten A.-G., Duisburg und das Metallographische Institut der Fried. Krupp A.-G., Essen) besichtigt werden. Am Schluß der Tagung findet ein gemeinsamer Ausflug nach Hagen (Akkumulatorenfabrik A.-G., Hagen) und nach Altena (Anlagen von Basse & Selve) statt.

Die Wirtschaftsstelle des Reichsverbandes der Vereinigungen des Drogen- und Chemikalienfaches G. m. b. H., Berlin SW 48, schreibt uns:

Ein neugegründeter Chemikalien-Großhändlerverband verbreitet in der Fachpresse, daß eine zentrale Vertretung des Chemikalien- und Drogenhandels nicht bestehe. Demgegenüber weisen wir darauf hin, daß der gesamte Drogen- und Chemikalienfachhandel bereits seit Jahren im Reichsverbande der Vereinigungen des Drogen- und Chemikalienfaches e. V. zusammengeschlossen ist, und daß dem Reichsverbande nicht weniger als elf große Fachvereinigungen, die sich über das ganze Reich erstrecken, angeschlossen sind.