

unter Überdruck, bei dem hochmolekulare Ketone nicht unzersetzt destillieren. In dieser Hinsicht ist lehrreich ein Vergleich des Keton-gehaltes der aus Erdöl und der aus Braunkohlenteer gewonnenen Mineralöle. Letztere, die bei gewöhnlichem Atmosphärendruck entstehen, sind weit reicher an Ketonen, wie aus einem Vergleich der Tabellen 2 und 3 hervorgeht.

Tabelle 2.

Acetylzahlen von Erdölprodukten vor und nach dem Hydrieren.

Material	Acetylzahlen		Differenz b — a
	a) ursprüngliches Produkt	b) hydriertes Produkt	
Galizischer Ozokerit . . .	2,2	5	2,8
Tscheleken-Ozokerit . . .	0	0	0
Harparaffin S.P. 50/51 C°	0,7	1,25	0,5
Wietzer Rohöl . . . . .	1,4	3,4	2
Lima Rohöl (von Leichtöl befreit) . . . . .	9,6	9,6	0
Gasöl aus columbischem Rohöl . . . . .	2,4	2,6	0,2
Maschinenöl . . . . .	5,7	6,7	1,2
Zylinderöl . . . . .	5	8,8	3,8
desgl. . . . .	6	9	3
desgl. . . . .	9,5	10	0,5

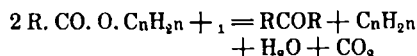
Künkler und Schwedhelm sind zu ihrer Theorie dadurch geführt worden, daß sie sich sagten, Fette und Fettsäuren seien keine Dauerstoffe, wohl aber die fettsauren Kalksalze. Folgerichtig mußten sie dann diesen Kalksalzen sowie den weiterhin aus den Kalksalzen ableitbaren Ketonen eine wesentliche Rolle bei der Erdölbildung zuschreiben. Tatsächlich sind die zur Erdölbildung in der Natur befähigten Dauerstoffe hochmolekulare Wachse, wie sie sich z. B. im Faulschwamm und den Supropeliten vorfinden. Diese Wachse dürften zum Teil aus Glyceridfetten während des Fäulnisprozesses entstanden

Tabelle 3.

Acetylzahlen von Braunkohlenteerölen und Schwelparaffin vor und nach dem Hydrieren.

Material	Herkunft	Acetylzahlen		Differenz b — a
		a) ursprüngliches Produkt	b) hydriertes Produkt	
Braunkohlenteeröle	Riebeckische Montanwerke	7,5	16	8,5
	Zeitz	8	12	4
	unbekannt	10,9	24,6	13,7
Schieferöl	Riebeckische Montanwerke	13,9	20,4	7,5
	Messel	14,6	22	7,4
Schwelparaffin S.P. 40 C°	Zeitz	0	3,5	3,5

sein. Die Zersetzung der Wachse kann in der Natur, je nach den Bedingungen, in verschiedener Weise erfolgen. Entweder je ein Molekül Wachsester spaltet Kohlensäure ab unter Bildung von gesättigten Paraffin- bzw. Naphthenkohlenwasserstoffen, oder zwei Moleküle Wachsester liefern ein Molekül Kohlensäure unter gleichzeitiger Bildung von Ketonen und Kohlenwasserstoffen der Reihe  $C_nH_{2n}$  entsprechend der Gleichung:



Letztere Reaktion tritt bei Estern nach Sabatier und Mailhe besonders in Gegenwart katalytisch wirkender Metalloxyde ein.

In beiden Fällen entstehen also unmittelbar Kohlenwasserstoffe. Der Reaktionsverlauf wird sich noch mehr zugunsten der Kohlenwasserstoffbildung verschieben, wenn die Reaktion unter Druck verläuft. Es erscheint daher bedenklich, anzunehmen, daß allgemein die Erdölkohlenwasserstoffe erst sekundär aus Ketonen hervorgegangen sind. Kohlenwasserstoffe und Ketone bilden sich vielmehr nebeneinander, letztere als untergeordneter Bestandteil. Bei fortschreitender Druck- und Temperatursteigerung zersetzen sich die Ketone mehr und mehr, indem sie in flüssige, niedriger molekulare Kohlenwasserstoffe übergehen, die hochmolekularen Paraffine des Erdöls (Protoparaffine) entstehen nicht aus Ketonen, bilden sich vielmehr unmittelbar aus den Wachsestern. Demgemäß erhielten Grün

und Wirth<sup>6)</sup> beim Destillieren von Pentatriakontanon unter Atmosphärendruck lediglich flüssige Kohlenwasserstoffe. Eine weitere Bestätigung bieten die beiden nachfolgend beschriebenen unter Verwendung von Katalysatoren vorgenommenen Versuche:

Stearon wurde unter Zusatz von 33 % Kieselgur (ungeglüht) zehn Stunden am Dephlegmator zum Sieden erhitzt. Das weiche Reaktionsprodukt wurde mit kaltem Aceton digeriert, wodurch mineralölartig aussehende Öle in Lösung gebracht wurden. Im Rückstand fand sich neben Kieselgur Stearon, Paraffin war nicht entstanden.

Eine andere Probe des Stearons wurde bei Gegenwart von 10 % Ton unter Atmosphärendruck destilliert. Die Destillate bestanden wiederum nur aus Ölen und unzersetztem Keton.

Während also die Ketone zur Bildung von Protoparaffin unter den angegebenen Bedingungen nicht befähigt sind, läßt sich Montanwachs unmittelbar durch Erhitzen mit Kieselgur in erdwachsartige Kohlenwasserstoffe überführen. Hierüber wird später berichtet werden.

[A. 182.]

## Einige industrielle Anwendungen von Silica Gel.

Von Dr. F. MEYER, Heidelberg.

(Eingeg. 21./9. 1923.)

Eine unter diesem Titel von der Silica Gel Corporation in Baltimore im September 1921 veröffentlichte, schön ausgestattete Broschüre enthält bemerkenswerte Angaben über dieses neue Produkt, das berufen scheint, in der chemischen Industrie eine Rolle zu spielen. Ich gebe daher im Interesse meiner Fachgenossen den Inhalt der Broschüre im Auszuge wieder unter Benutzung eines von derselben Firma im Juli d. J. herausgegebenen Sonderabdrucks eines von Ernest B. Miller vor dem „American Institute of Chemical Engineers“ gehaltenen Vortrags über das Raffinieren und die Gewinnung von Petroleumprodukten mit Silica Gel<sup>1)</sup>.

Silica Gel ist eine harte, glasartige Kieselsäure, die wie reiner Quarzsand aussieht, sich aber von diesem durch äußerst poröse Struktur und besonders durch die Größe und die gleichförmige Anordnung der Poren unterscheidet.

Es wird durch Mischen von molekularen Mengen einer Natrium-silicatlösung (Wasserglas) und Schwefelsäure hergestellt. Das Gemisch gerinnt nach mehreren Stunden zu einer Hydrogel genannten Gallerte, die in etwa zöllige Stücke gebrochen und gründlich ausgewaschen wird zur Entfernung von Natriumsulfat und überschüssiger Schwefelsäure. Sie wird darauf vorsichtig bis zum konstanten Volumen getrocknet, das etwa 10 % des ursprünglichen beträgt. Dieses Silica Gel wird dann dadurch aktiviert, daß seine Poren von ultramikroskopischer Größe, die etwa 41 % seines Gesamtvolumens betragen und bis zu 41 % seines Eigengewichtes Wasser enthalten können, durch weiteres Erhitzen evakuiert werden.

Da die Poren im Ultramikroskop nicht sichtbar sind, läßt sich ihre Größe nicht bestimmen, man kann aber berechnen, daß 1 g Silica Gel eine innere Oberfläche von annähernd 450 qm darbietet. Auf diese große Oberfläche und die Capillarwirkung der Poren sind die charakteristischen Merkmale des Materials zurückzuführen, und es ist ein glücklicher Umstand, daß es gleichzeitig gegen die meisten Chemikalien und gegen hohe Temperaturen so widerstandsfähig ist, daß es fast allgemein gebraucht werden kann ohne Schaden für sich oder für die Produkte, mit denen es in Berührung kommt. Man kann daher vorläufig auch noch nichts über seine Lebensdauer im Betrieb sagen, obgleich die ersten Versuche zur Verwendung von Silica Gel als Adsorptionsmittel schon im Sommer 1918 stattgefunden haben. Nach den bisherigen Erfahrungen scheint es sich im Gebrauch nicht zu verändern.

Silica Gel kann für folgende Zwecke Verwendung finden:

- I. für die Adsorption von Gasen,
- II. für die Adsorption von Flüssigkeiten,
- III. als Katalysator,
- IV. als Träger für Katalysatoren.

Wenn Luft oder ein ähnliches Gas, das Dämpfe einer flüchtigen Flüssigkeit enthält, wie z. B. Wasser, Äther, Alkohol, Schwefeldioxyd usw., mit Silica Gel in Berührung kommt, so wird der Flüssigkeitsdampf von ihm selektiv aufgenommen oder adsorbiert, während die Luft, aus der die Dämpfe entfernt sind, unverändert durch das Gel hindurchgeht. Die adsorbierten Stoffe können aus dem Gel leicht und billig ausgetrieben und in reinem Zustande gewonnen werden.

<sup>6)</sup> Berl. Ber. 53, 1301 [1920].

<sup>1)</sup> Der sich auf die Petroleumraffinerie beziehende Teil wird auszugsweise in der Zeitschrift „Brennstoff-Chemie“ erscheinen.

Das Silica Gel ist darauf für eine neue Operation wieder bereit, und es scheint eine praktisch unbegrenzte Lebensdauer zu haben.

Diese Eigenschaften machen es für die folgenden Industrien wertvoll:

In der Eisenindustrie zum Trocknen des Gebläsewindes für Hochöfen.

Gayley und seine Mitarbeiter haben gezeigt, daß beim Arbeiten mit einem Gebläsewind, der nur 0,7 grains Feuchtigkeit je Kubikfuß enthält, die Leistung des Hochofens um etwa 10% steigt, und daß gleichzeitig der Koksbedarf um denselben Betrag sinkt. Sie trocknen die Luft durch Abkühlung, aber dies Verfahren ist besonders durch die hohen Abschreibungen auf die kostspieligen Gefrieranlagen leider so teuer, daß die Ersparnisse durch die hohen Kosten der Windtrocknung aufgebraucht werden. Mittels Silica Gel läßt sich nun ein trockner Gebläsewind mit viel geringeren Kosten erzeugen.

Dasselbe trifft zu beim Trocknen von Luft zu Trockenzwecken oder zum Regeln der Luftfeuchtigkeit für Fabriken, Bureaus, Theater usw.

Die Gewinnung von Eis oder Kälte geschieht allgemein in der Weise, daß eine bei niederen Temperaturen flüchtige Flüssigkeit, wie z. B. Ammoniak, schweflige Säure oder Kohlensäure, so schnell zum Verdampfen gebracht wird, daß die große Wärmemenge, die für diese Verdampfung erforderlich ist, dem Wasser, das man gefrieren will, oder der Kältelösung, die man abkühlen will, entzogen wird, und daß darauf die Dämpfe durch Druck wieder zu Flüssigkeit verdichtet werden.

Einfacher und billiger als das Kompressionsverfahren ist das Vakuumverfahren, wobei Wasser in eine Kammer eingespritzt wird, in der ein hohes Vakuum dadurch aufrecht erhalten wird, daß der Wasserdampf mittels konzentrierter Schwefelsäure absorbiert und die im Wasser enthaltene geringe Luftmenge mittels einer Pumpe abgesaugt wird. Da die Schwefelsäure von Zeit zu Zeit konzentriert werden muß, ist eine Anlage hierfür ein Teil jeder Vakuumkälteanlage, und die mit dem Betrieb einer Schwefelsäurekonzentrationsanlage in den Händen ungeübter Arbeiter verknüpften Unannehmlichkeiten haben die Einführung dieser Anlagen sehr behindert. Durch Silica Gel läßt sich die Schwefelsäure vorteilhaft ersetzen, so daß die Vakuumanlagen nunmehr in den Bau- und Betriebskosten den Kompressionsanlagen überlegen sind. Wegen des einfachen Betriebes sind erstere besonders für Haushaltungen geeignet.

Die Gewinnung von Benzin aus Gasbrunnen, Ölbrunnen und Destillierblasen.

Ein sehr großer Anteil des in den Vereinigten Staaten vorkommenden Naturgases enthält Benzin in Mengen von etwa 0,1–4,0 Gallonen auf je 1000 Kubikfuß Gas. Gas mit mindestens 0,5 Gallonen Benzin wird für die Gewinnung des Benzins fast allgemein nach dem Druck- oder dem Ölabsorptionsverfahren behandelt. Ersteres kann wirtschaftlich nur bei verhältnismäßig reichem Gas mit mindestens 1 Gallone Benzin je 1000 Kubikfuß angewendet werden, während für das Ölverfahren Gase mit nur 0,2–0,3 Gallonen noch geeignet sind. Zuweilen werden auch beide Verfahren nacheinander angewendet, zunächst das Druckverfahren, das mit einem Druck von etwa 17 Atm. und niedriger Temperatur arbeitet, und daran anschließend das Ölverfahren, bei dem das ganze Gasvolumen in innige Berührung mit einem Schweröl gebracht wird, welches das Benzin absorbiert und bei der nachfolgenden Destillation wieder abgibt.

Das Silica Gel-Adsorptionsverfahren ist beiden Verfahren überlegen. Es eignet sich sowohl für reiche wie für arme Gase, und es nimmt, auf die Gewichtseinheit berechnet, vier- bis fünfmal soviel Benzin auf als das Öl. Dies trifft auch für die Gase von Ölbrunnen und von Destillierblasen zu, deren Benzingegehalt höher ist als derjenige der Gasbrunnen.

Die Wiedergewinnung organischer Lösungsmittel. Bei der Herstellung von künstlichem Leder, Gummi, Nitrocelluloseprodukten, photographischen Filmen und in vielen anderen Industrien werden große Mengen wertvoller flüchtiger organischer Lösungsmittel, wie z. B. Alkohol, Benzol, Aceton usw. benutzt. Für die Wiedergewinnung der Dämpfe dieser Lösungsmittel aus ihrem Gemisch mit Luft ist Silica Gel ein ideales Mittel.

Dasselbe gilt für die Gewinnung von Benzol aus Koks- ofengasen.

Nitrose Gase können mit Silica Gel bei den folgenden Verfahren wiedergewonnen werden:

1. bei der Herstellung von Salpetersäure aus Salpeter und Schwefelsäure,
2. bei Nitrierungen in der Erzeugung von Dynamit, rauchlosem Pulver, Schießbaumwolle, Celluloid usw., wobei heute noch große Mengen wertvoller Stickoxyde verloren gehen,
3. beim Bleikammerverfahren aus den vom Guy Lussac entweichenden Endgasen.

Konzentration von Schwefeldioxyd-Luftgemischen.

Silica Gel wird voraussichtlich bei der Erzeugung von Schwefelsäure nach dem Kammer- und den Kontaktverfahren sowie bei der Herstellung von wasserfreier flüssiger schwefliger Säure eine große Rolle spielen. Seine Fähigkeit, Schwefeldioxyd selektiv von Röstgasen mit 0,5–5 Vol. % Schwefeldioxyd zu adsorbieren, und die adsorbierte schweflige Säure in konzentrierter Form oder, falls gewünscht, in reinem Zustand leicht wieder abzugeben, machen es für diesen Zweck sehr wertvoll. Arme Röstgase mit nur 1–4 Vol. % Schwefeldioxyd können z. B. in einer Operation leicht auf 8 % und mehr Schwefeldioxyd angereichert werden, und durch geeignete Regelung der Temperatur und der Luftmenge beim Abtreiben des adsorbierten Gases kann ein armes Röstgas auf irgendeine gewünschte Konzentration bis zu 100 % gebracht werden.

Diese Eigenschaft des Silica Gel wird die Zukunft des Bleikammerverfahrens in mehreren Richtungen stark beeinflussen. Sie wird große Mengen billiger Röstgase, die jetzt nutzlos entweichen und die Vegetation schädigen, wertvoll machen. Man nimmt an, daß in den Vereinigten Staaten die Menge Schwefeldioxyd, die in Form von armen 1–4 %igen Röstgasen verloren geht, größer ist als die in Bleikammern nutzbar gemachte Menge. (Ich war Ende der 90er Jahre als Sachverständiger in einer Schadenersatzklage tätig, welche die Landwirte des Salt Lake Valley in Utah gegen die in dem Tal gelegenen Blei- und Kupferhütten anhängig gemacht hatten, und ich konnte feststellen, daß man aus den damals von den Schmelzhütten in die Luft entweichenden sauren Gasen über 200 Tonnen Schwefelsäure täglich hätte herstellen können. Der Übersetzer.)

Noch größere Mengen dieser armen Röstgase könnten als flüssige schweflige Säure gewonnen werden, die an Schwefelsäurefabriken gesandt werden oder für andere Zwecke gebraucht werden könnte (z. B. in der Cellulosefabrikation oder in Rübenzuckerfabriken. Der Übersetzer.).

Das heute im Kammerverfahren benutzte Röstgas enthält durchschnittlich 8 % Schwefeldioxyd. (Dies trifft wohl nur für die Vereinigten Staaten zu, wo größtenteils Schwefel verbrannt wird. In Deutschland und anderswo, wo man mit Schwefelkies oder Zinkblende arbeitet, enthalten die Gase durchschnittlich nur 5–7 Vol. % Schwefeldioxyd. Der Übersetzer.) Der theoretische Höchstgehalt der Gase von Schwefelöfen ist 13,3 % Schwefeldioxyd; nach Einschaltung einer Silica Gel-Adsorption ist der theoretische Höchstgehalt 28 %, und diese Möglichkeit eröffnet Verbesserungen von grundlegender Bedeutung für das Kammerverfahren.

Beim Arbeiten mit einem derartig hochprozentigen Gas und mit einer viel höheren Konzentration von Stickstoffoxyden in den Kammern, als heute üblich ist, wofür die Wiedergewinnung der Guy-Lussac-Gase mittels Silica Gel die Handhabe bietet, läßt sich die Leistung des Kammerraums ganz erheblich steigern, was sich in billigeren Bau- und Betriebskosten ausdrücken muß.

Für Schwefelsäure-Kontaktanlagen ist Silica Gel wegen seiner Struktur ein idealer Träger für Platin. Auch für andere Katalysatoren ist es aus demselben Grunde sehr geeignet.

Gegenüber Asbest oder Magnesiumsulfat bietet Silica Gel als Kontaktträger die folgenden Vorteile:

1. Das Platinieren ist einfacher.
2. Es ist hart und besteht aus gleichgroßen Körnern, so daß die Gase durch Schichten des platinieren Silica Gel gleichmäßig hindurchziehen.
3. Es leidet in den Konvertern weit weniger leicht Schaden als platinierter Asbest oder platinierter Magnesiumsulfat. Eine Feuchtigkeitsmenge, die letztere beide vollständig zerstören würde, verursacht bei Silica Gel nur ein vorübergehendes Nachlassen seiner Umsetzfähigkeit.
4. Die erzeugte Säuremenge für die Einheit Platin ist die vielfache der nach der heutigen besten Praxis gewonnenen Menge.

Diese Angaben gründen sich auf einen dreimonatigen Betrieb einer Schroeder-Anlage.

Die Herstellung von wasserfreier flüssiger schwefliger Säure kann mittels Silica Gel als Adsorptionsmittel an Stelle des jetzt hierfür benutzten Absorptionsmittels Wasser bedeutend verbilligt werden, da die spezifische Wärme des Silica Gel nur ein Fünftel von derjenigen des Wassers beträgt und da unter gleichen Bedingungen Silica Gel fünfmal soviel Schwefeldioxyd als dieselbe Gewichtsmenge Wasser aufnimmt.

Eine Gasadsorptionsanlage für Silica Gel besteht im wesentlichen aus drei Adsorbern, vier Cyklonen, drei kurzen Transportschnecken, einem Aktivator mit Ofen, einem Kühlbehälter

für das aktivierte Gel, einem Ventilator und, falls es sich um die Wiedergewinnung von Dämpfen handelt, einem Kondensator mit einem Gefäß für die wiedergewonnene Flüssigkeit.

Die Adsorber sind aufrechte Zylinder mit Rohrbündeln, ganz ähnlich wie Oberflächenkondensatoren, der Aktivator ist ein Apparat nach Art des Herreshoff-Röstofens mit zehn übereinanderliegenden gemauerten, heizbaren Herden. Er ist ganz aus Metallen angefertigt, da die benötigte Temperatur feuerfestes Material überflüssig macht.

Das so fein gepulverte Silica Gel, daß es restlos durch Sieb 200 (200 Maschen auf den laufenden Zoll) hindurchgeht, wird mit dem Gasgemisch mittels Transportschnecken in Berührung gebracht, die es am Fuße der drei Adsorber in den aufsteigenden Gasstrom einführen. Die Gasgeschwindigkeit ist eine solche, daß das Gel durch die drei Adsorber hindurchgeführt wird, durch deren Rohre Kühlwasser fließt. Die Kühlrohre dienen nicht nur zur Abführung der von der Verdichtung des Gases in den Poren des Gel entstehenden Wärme, sondern auch zum Mischen des Gel mit dem Gas.

Das Gasgemisch mit dem darin suspendierten Gel tritt durch ein Rohr vom oberen Ende eines jeden Absorbers in einen Cyklon, in dem sich das Gel von dem Gase trennt, und einer Schnecke zufällt, die es dem nächsten Adsorber zuführt. Gas und Gel gehen also durch jeden Adsorber im Gleichstrom, durch das ganze System jedoch im Gegenstrom zueinander. Das gereinigte, d. h. von seinen wertvollen Bestandteilen befreite Gas verläßt die Apparatur also aus dem Cyklon, in der das aktivierte Gel von dem ersten Adsorber eintritt, und nachdem es noch durch einen Staubsammler gegangen ist, um darin von den letzten Anteilen Gel befreit zu werden, tritt es aus in die Luft.

Das gesättigte Gel fällt von dem Cyklon an dem entgegengesetzten Ende der Apparatur dem obersten Herd des mit Rührern ausgestatteten Aktivators zu, die es über die geheizten Herde nach unten und von der untersten Sohle einem Ventilator zuführen, der das aktivierte Gel in einen hochstehenden Cyklon schleudert, von dem es in einen gekühlten Lagerbehälter fällt, um von dort seinen Kreislauf aufs neue zu beginnen.

Das in dem Aktivator in Freiheit gesetzte Gas wird seiner Verwendungsstelle zugeführt. Handelt es sich um Dämpfe von Flüssigkeiten, so werden sie in einem Kondensator zu diesen verdichtet.

Die Broschüre bringt noch das Lichtbild von einer ausgeführten Anlage, die eine Leistung von 150 000 Kubikfuß Gas täglich hat.

Bei der Adsorption von Flüssigkeiten findet Silica Gel Verwendung für das Raffinieren von Benzin, Leuchtöl, Benzol von Kokereien, Schmieröl und Paraffin. Wegen der ausführlichen Veröffentlichung an anderer Stelle über die Reinigung von Benzin und Leuchtöl soll hier nur die Raffination von Paraffin beschrieben werden.

Die Ausbeute an Paraffin von leichtem mexikanischem Petroleum ist ungefähr 1½ % des Rohöls; bei amerikanischen Rohölen ist die Ausbeute manchmal erheblich höher.

Das jetzige Verfahren der Raffination des rohen Paraffins ist kompliziert und teuer, und es besteht aus folgenden Operationen:

a) Das Ausschwitzen. Hierfür wird das Paraffin in flachen Pfannen in einem dicht abgeschlossenen Gebäude mit Dampf behandelt. Das Öl wird solange ausgeschwitzt, bis das Paraffin den gewünschten Schmelzpunkt hat. Die Pfannen sind so eingerichtet, daß das Öl ablaufen kann.

b) Das Paraffin wird geschmolzen und mit konzentrierter Schwefelsäure gewaschen.

c) Es wird darauf mit Wasser gewaschen.

d) Das Paraffin wird wieder geschmolzen und heiß durch Fullers Erde filtriert.

Das Erzeugnis von diesem Verfahren ist nahezu rein weiß und wird als raffiniertes Paraffin verkauft.

Durch einmaliges Filtrieren des rohen Paraffins über Silica Gel wird ein Produkt erhalten, das deutlich weißer als das beste Handelsprodukt ist. Manchmal entsteht beim Kühlen eine Lage von weißem Paraffin und darüber eine Schicht eines wasserhellen Schweröls, das Nujol, amerikanischem Öl, russischem Öl usw. sehr ähnelt.

Die Behandlung von Flüssigkeiten mit Silica Gel geschieht ebenfalls nach dem Gegenstromprinzip. An Stelle der Adsorber in der Gasanlage treten Gefäße mit Rührwerken zum innigen Mischen des fein gemahlten Gel mit der zu raffinierenden Flüssigkeit, und an die Stelle der Cyklone Tauchsaugfilter, um das Gel von der Flüssigkeit zu trennen. Für das Anheben der abgesaugten Flüssigkeit in das nächste Rührwerk dienen Zentrifugalpumpen. Das Gel wird in einem Apparat derselben Bauart wie in der Gasanlage aktiviert, die abdestillierten Dämpfe werden in einem Kondensator niedergeschlagen. Bei Behandlung von Petroleumprodukten, die nach dem „Crack-Verfahren“ gewonnen sind, geht das Gel von dem Aktivator noch in eine liegende, von außen geheizte Trommel, in der anhängendes Harz mit einer

kleinen Luftmenge verbrannt wird. Das Gel wird in einem Ventilator ausgetragen, der es in einen Cyklon schleudert, von dem es in einen Vorratsbehälter zufällt, während die Verbrennungsgase ins Freie entweichen. [A. 188.]

## Zur Chlorbestimmung im Chlorkalk.

Von V. RODT.

Mitteilung aus dem Staatlichen Materialprüfungsamt in Dahlem.

(Eingeg. 24.9.1923.)

Zur Bestimmung des aktiven Chlorgehaltes ist die Methode von Penot<sup>1)</sup> sehr geeignet und hat auch wohl die meiste Anwendung gefunden. Sie besteht bekanntlich darin, daß die mit Wasser gut angeriebene Probe mit arseniger Säure in überschüssiger Natriumbicarbonatlösung titriert wird. Der Endpunkt wird durch Tüpfeln auf Jodkaliumstärkepapiert festgestellt, auf welchem Chlorkalk Jod ausscheidet und Blaufärbung erzeugt. Diese Feststellung des Endpunktes der Titration ist der einzige wunde Punkt der Penotschen Methode. Es ist nämlich hier außer den jeder Tüpfelmethode anhaftenden Schwierigkeiten der Umstand hervorzuheben, daß Jodkaliumstärkepapiert nicht sehr empfindlich ist und bei Anwendung verdünnter Jodkaliumlösungen sogar bis auf einige zehntel Kubikzentimeter unsichere Ablesungen ergeben kann. Die Steigerung der Empfindlichkeit der Jodstärkeraktion durch die Gegenwart größerer Mengen von Jodkalium ist auch von Treadwell<sup>2)</sup> beobachtet worden.

Die Methode von Penot gewinnt daher durch folgenden praktischen Kunstgriff wesentlich an Genauigkeit und Sicherheit:

Man titriert wie gewöhnlich unter Anwendung von Tüpfelpapiert, bis auf diesem keine Blaufärbung sichtbar ist. Dann setzt man 1 cm der Jodkaliumstärkelösung, die zur Tränkung des Tüpfelpapieres geeignet war, zu und titriert die auf diese Weise stets blau werdende Lösung bis zur Entfärbung zu Ende.

In Lösungen mit einigermaßen erheblicher Chlorkalkkonzentration tritt keine Blaufärbung der Jodkaliumstärkelösung ein. Aus diesem Grunde kann man diese Lösung auch nicht ohne weiteres bei der Titration als Indicator benutzen. In der angegebenen Weise aber reagiert die Jodkaliumstärkelösung mit den letzten Spuren von Chlorkalk sehr scharf und ist zur Steigerung der Genauigkeit der Methode sehr brauchbar. [A. 189.]

## Neue Bücher.

**Anorganische Chemie.** Ein Lehrbuch zum Weiterstudium und zum Handgebrauch. Von Fritz Ephraim. VIII und 742 S. mit 55 Abbildungen und 3 Tafeln. 2. und 3. vermehrte Auflage. Dresden und Leipzig 1923. Verlag Theodor Steinkopff.

Geh. G.-M. 10, geb. G.-M. 12

Dem Buche von Ephraim, das an gleicher Stelle im vorigen Jahre angezeigt wurde, ist der verdiente buchhändlerische Erfolg zu teil geworden. Da dem Referenten die erste Auflage nicht zur Hand ist, so kann er im einzelnen nicht prüfen, wo der Verfasser Neues hinzugefügt hat. Nach einjährigem Gebrauch des Buches aber kann er feststellen, daß die „Anorganische Chemie“ sowohl dem Weiterstudium wie dem Handgebrauch aufs beste dient. Bedauerlich ist nur, daß die äußere Ausstattung eines so wertvollen Buches unter der Not der Zeit gelitten hat — freilich ist dafür der Preis auch verhältnismäßig niedrig gehalten. Sieverts. [BB. 71.]

**Lehrbuch der Chemie.** Von Max Trautz. II. Bd. Zustände. XXXIV u. 634 Seiten. Berlin und Leipzig 1922. Vereinigung wissenschaftlicher Verleger, Walter de Gruyter & Co. 17 × 25 cm.

G.-M. 20

In diesem Band seines Lehrbuches, der nach den „Stoffen“ die „Zustände“ behandelt, führt uns der Verfasser im wesentlichen in eine ureigenste Domäne, in das Gebiet der physikalischen Chemie. Der durch die diskrete Mannigfaltigkeit der Stoffe bedingte monographische Charakter des I. Bandes ist hier zugunsten einer durch das Hauptthema „Zustände“ geforderten kontinuierlichen, fließenden, aufbauend entwickelnden Darstellung aufgegeben worden. Der Band ist zu einem anziehenden und anregenden „Lesebuch“ geworden. Mir ging es beim Studium des Buches nach des Tages Berufsarbeit so, daß es mich durch die Art seiner Darstellung oft viel längere Zeit fesselte, als ich dafür vorgesehen hatte.

<sup>1)</sup> Penot, Journ. prakt. Chem. 54, 59 [1851]. Die Methode ist wiedergegeben in Lunge-Berl, Chem.-techn. Untersuchungsmethoden, 6. Aufl., I. Band, S. 593.

<sup>2)</sup> Treadwell, Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie, 6. Aufl.; II. Band, S. 549.