

Warnung beim Arbeiten mit Äther.

Von Dr. NOLTE,

Leiter des Flußwasseruntersuchungsamtes Magdeburg.

(Eingeg. 16. September 1930.)

Unter gleicher Überschrift veröffentlichte Demus¹⁾ einen kurzen Aufsatz über eine Explosion von Äther infolge Verunreinigung des Äthers mit Ätherperoxyd.

Im Flußwasseruntersuchungsamt Magdeburg trat Anfang September eine ganz ähnliche Explosion ein.

In einem Kokereiabwasser wurde nach Abtrennung der flüchtigen Phenole der Rückstand mit etwa 50 cm³ Äther ausgeäthert, um die sogenannten nichtflüchtigen Phenole zu bestimmen. Nach der Behandlung des Ätherextraktes mit Natriumsulfat wurde der abfiltrierte Extrakt in einem Wägegläschen abgedampft. Die ätherische Lösung der Phenole wurde nach und nach in das Wägeglas gegeben. Im ganzen wurden nur 50 cm³ Äther verdampft. Als Heizquelle diente ein elektrisch heizbares Drahtnetz, das für 220 V eingerichtet war, jedoch nur mit 110° Spannung betrieben wurde. Die Temperatur dieses Netzes betrug ungefähr 55 bis 60°. Bei zahlreichen ähnlichen Bestimmungen wurden irgend-

¹⁾ Ztschr. angew. Chem. 41, 426 [1928].

welche Störungen von uns nicht beobachtet. Im vorliegenden Fall wurde neu gelieferter Äther verwendet. Als aller Äther verdampft war, erfolgte plötzlich eine so starke Explosion, daß von dem Wägegläschen nur noch Glasstaub übrigblieb. Der Knall war so intensiv hell und so stark, daß er in einem 30 m entfernt gelegenen Gebäude durch die Wände hindurch gehört wurde. Eine normale Ätherexplosion war angesichts des großen Arbeitsraumes und der kleinen Äthermenge und des Fehlens jeglicher Flammen in der Nähe völlig ausgeschlossen.

Die nach Demus vorgenommene Prüfung des Äthers ergab das Vorhandensein von Peroxyden durch Blaufärbung des Äthers bei Zugabe von Kaliumjodid. Glücklicherweise wurde niemand verletzt.

Dieser Vorfall gibt uns auch Veranlassung, auf die Gefahren bei Verwendung von Äther hinzuweisen und zu fordern, daß seitens der Lieferfirmen alles geschehen muß, um einen peroxydfreien Äther in den Handel zu bringen. [A. 132.]

Analytisch-technische Untersuchungen

Zur gasanalytischen Kohlenoxyd-Bestimmung.

Von Dr. EGBERT DITTRICH.

Aus dem Laboratorium der HIAG, Holzverkohlungs-Industrie G. m. b. H., Konstanz (Baden).

(Eingeg. 23. September 1930.)

Zur Ermittlung des Kohlenoxyds bei der Gasanalyse schlagen Schläpfer und Hofmann¹⁾ eine Aufschlammung von Jodpentoxyd in 10%igem Oleum vor; die Verbrennung des Kohlenoxyds soll dabei schnell und sicher vor sich gehen, ohne daß Wasserstoff und Methan angegriffen werden sollen. Auch in der Literatur ist diese Methode bereits empfohlen²⁾, doch weist Ruf³⁾ darauf hin, daß die Äthan-Werte leicht um 0,1–0,2 cm³ zu tief ausfallen.

Erhebliche Unstimmigkeiten bei Parallel-Analysen, bei denen das Kohlenoxyd einmal mittels Jodpentoxyds, ein zweites Mal in Kupferchlorür-Lösung absorbiert wurde, veranlaßten eine Nachprüfung des Verfahrens.

Die Jodpentoxyd-Aufschlammung wurde nach Vorschrift hergestellt¹⁾: 25 g feinstgepulvertes Jodpentoxyd wurden mit etwa 120 g 10%igem Oleum nach und nach in einer Reibschale zu einem möglichst homogenen Brei angerieben. Die Suspension wurde dann mit nochmals 120 g der gleichen Schwefelsäure verdünnt und einige Stunden auf einer Schüttelmaschine kräftig geschüttelt. In gleicher Weise wurde später eine zweite Lösung mit nur 8%igem Oleum hergestellt. Als Absorptionsgefäß diente eine Pipette mit Kugelfüllung.

Die beiden Absorptions-Flüssigkeiten wurden geprüft auf ihr Verhalten gegen Kohlenoxyd, Wasserstoff und die gasförmigen Paraffine; ein Unterschied in der Wirksamkeit ließ sich dabei nicht feststellen. Zum Vergleich dienten wie üblich angesetzte Kupferchlorür-Lösungen⁴⁾, von denen 2–3 Pipetten, je nach dem

Kohlenoxyd-Gehalt des Gases, hintereinander gebraucht wurden.

1. Kohlenoxyd. Die Absorption erfolgte quantitativ, doch brauchten die letzten Spuren trotz Hin- und Herleitens viel Zeit (Gesamt-Absorption 10–15 Minuten). Kupferchlorür-Lösungen arbeiten schneller und bei Benutzung mehrerer Pipetten ebenso sicher.

2. Wasserstoff. 99%iger Wasserstoff wurde praktisch nicht angegriffen (erst nach zehnstündigem Verweilen unter häufigem Hin- und Herleiten war eine Abnahme von etwa 1% festzustellen, die in gleicher Größenordnung bei längerem Stehen zunahm). Also bestehen keine Bedenken gegen die Verwendung der vor-schriftsmäßigen Jodpentoxyd-Aufschlammung, jedoch beginnt bei höherer SO₂-Konzentration die Wasserstoff-Verbrennung merklich zu werden. Bei 25%igem Oleum verursacht sie schon in wenigen Minuten Fehler von einigen Prozenten.

3. Paraffine. Mit einer Apparatur zur Kondensations-Gasanalyse⁵⁾ wurden aus paraffinreichen Gasen die einzelnen Kohlenwasserstoffe herausfraktioniert; die erhaltenen Gase, Methan, Äthan, Propan und Butan, waren praktisch rein (das Äthan enthielt noch 6% Methan). Sie wurden unverdünnt oder mit Stickstoff vermisch in die Jodpentoxyd-Pipette gegeben. Zum Teil wurden die Gase mehrere Stunden in Berührung mit dem Jodpentoxyd belassen (unter öfterem Hin- und Herleiten).

Es ergaben sich folgende Werte (die natürlich nicht absolut zu nehmen sind, da ja die Absorptions-Geschwindigkeit etwas mit der Art der Pipette und dergl. wechselt):

⁵⁾ Tropsch u. Dittrich, Brennstoff-Chem. 6, 173 [1925].

¹⁾ Monats-Bull. Schweiz. Ver. Gas-Wasserfachmänner 7, 349 [1927].

²⁾ E. Ott, Monats-Bull. Schweiz. Ver. Gas-Wasserfachmänner 8, 25 [1928]; Gas- u. Wasserfach 72, 862 [1929]; 73, 801 [1930].

³⁾ Vgl. Fußnote 1.

⁴⁾ Treadwell, 11. Aufl., 1927, 670.