

79. P. K. Ssakmin: Ein neues Laboratoriums-Verfahren zur Darstellung von reinem Äthylen und Propylen.

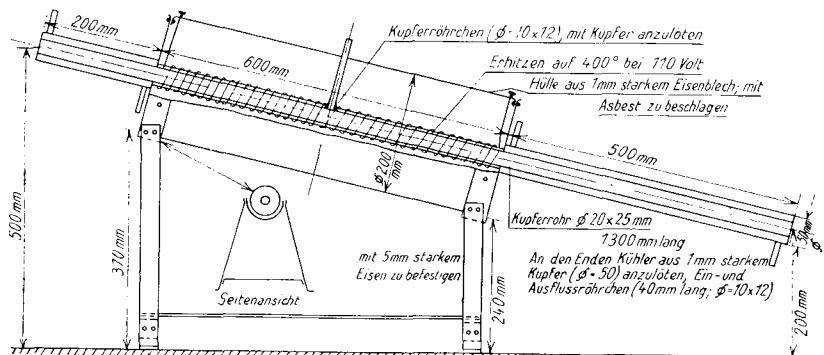
[Aus d. Institut für Kohle-Chemie in Charkow.]

(Eingegangen am 23. Januar 1934.)

Meist werden in den Forschungs-Instituten große Mengen reinen Äthylens nach dem bekannten Verfahren von Ipatiew durch Dehydratisierung von Äthylalkohol-Dämpfen über chemisch reinem Aluminiumoxyd bei 380° in einem durch einen elektrischen Ofen geheizten Glasrohr gewonnen. Dieses Verfahren weist folgende Mängel auf: 1) Zur Herstellung von 100 g chemisch reinem Aluminiumoxyd durch Füllung aus irgend einem Aluminiumsalz und sorgfältiges Waschen des erhaltenen Niederschlages werden etwa 3 Wochen Arbeit und eine enorme Menge destilliertes Wasser benötigt. 2) Beim Zersetzen der Alkohol-Dämpfe in einem durch einen elektrischen Ofen geheizten Glasrohr kommt es vor, daß das Rohr während des Erhitzens oder beim Austausch des erschöpften Katalysators springt. 3) Zur Temperatur-Messung im Glasrohr muß in sein Inneres ein Thermopaar eingeführt und außerdem ein Millivoltmeter benutzt werden. 4) Zur Kondensierung der unzersetzt gebliebenen, aus dem Glasrohr austretenden Alkohol-Dämpfe muß an das Rohr ein Glaskühler angeschlossen werden.

Es ist mir gelungen, das Ipatiewsche Verfahren durch Anwendung eines einfachen und billigen Katalysators, sowie durch Konstruktion eines speziellen Ofens zu vervollkommen. Nach wiederholten Versuchen, den Alkohol über verschiedenen Katalysatoren zu dehydratisieren, fand ich, daß es gelingt, 98-proz. Äthylen in großen Mengen darzustellen, wenn man den Alkohol-Dampf bei $400-450^{\circ}$ über Scherben eines gewöhnlichen unglasierten Tontellers leitet. Dieser so überaus einfache und billige Katalysator vermag verhältnismäßig lange seine Arbeit zu leisten. Ich erhielt z. B. 1000 l 96-98-proz. Äthylen unter Verwendung einer und derselben Portion dieses Katalysators, ohne eine Schwächung seiner Aktivität beobachten zu können.

Über den Ersatz des chemisch reinen Aluminiumoxyds durch diesen einfachen Katalysator hinaus baute ich zur Gewinnung des Äthylens einen speziellen Ofen mit Kupferrohr. Die Konstruktion dieses Ofens ist aus der beigefügten Zeichnung leicht zu ersehen. Das Arbeiten mit dem neuen



Äthylen-Ofen.

Katalysator in diesem Spezialofen bietet folgende Vorteile: 1) Statt der 3 Wochen Arbeit, die die Herstellung chemisch reinen Aluminiumoxyds erfordert, braucht man zum Einfüllen der Tonteller-Scherben in das Ofenrohr 1 Stde. 2) Beim Arbeiten mit dem Kupferrohr läuft man keine Gefahr, daß es beim Erhitzen oder beim Katalysator-Austausch beschädigt werden kann. 3) Zum Erhitzen des Kupferrohres benötigt man keinen Sonderofen mit Porzellanrohr, da die Widerstands-Spirale direkt um das mit Asbest umhüllte Kupferrohr gewickelt werden kann. 4) Das Kupferrohr hat eine ausreichende Länge, so daß sein Ausgangsende als Kondensator für die unzersetzt ausströmenden Alkohol-Dämpfe verwendet werden kann; hierbei erübrigt sich der Anschluß eines besonderen Kühlers, der beim Arbeiten mit einem Glasrohr unvermeidlich ist. 5) Die Temperatur des Kupferrohres wird durch ein einfaches Quecksilber-Thermometer gemessen; letzteres wird in ein in der Mitte des beheizten Rohrabschnitts senkrecht angelötetes Kupferröhrchen eingeführt; so vermeidet man das ziemlich mühsame Einführen des Thermopaars und erspart sich die Temperatur-Messung mit Hilfe des teuren Millivoltmeters.

Die Darstellung von reinem Äthylen in diesem Ofen findet folgendermaßen statt: In den unteren, aus dem Heizabschnitt herausragenden Teil des Kupferrohres schiebt man einen Ring aus Asbestpappe und füllt den zu heizenden Teil mit erbsengroßen Scherben eines unglasierten Tontellers. Hierauf schließt man das obere Rohrende mit einem Stopfen, durch dessen Loch ein Vorstoß führt, der seinerseits den Tropftrichter aufnimmt, der den Alkohol zuführt; an das untere Ende schließt man eine zweihalsige Flasche zur Aufnahme des ausfließenden unzersetzten Alkohols an; schließlich verbindet man den Ofen-Kühler mit der Wasser-Leitung, die Klemmen mit dem Stromnetz, setzt das Thermometer ein und läßt in das auf 400° vorgewärmte Rohr den Alkohol, 1—2 Tropfen in der Sekunde, eintropfen. Das aus der zweihalsigen Flasche austretende Äthylen leitet man direkt in einen Gasometer, in dem es durch überschüssiges Wasser von Beimengungen befreit wird. Das Heizen des Ofens wird durch einen Rheostaten so reguliert, daß die Außen-temperatur des Rohres etwa 400° beträgt.

Die Darstellung des Propylens aus Propylalkohol nach diesem Verfahren geschieht genau ebenso mit der einzigen Ausnahme, daß die Außen-temperatur des Rohres um 350° gehalten wird.

Nach diesem Verfahren erhält man also sehr reines, 96—98-proz. Äthylen bzw. Propylen aus Äthyl- bzw. Propylalkohol, und zwar 20 l in der Stunde.