

sich über den Querschnitt des Meßrohres spannenden Seifenhaut, welche von dem durch *L* kommenden Gas aufwärts gedrückt wird. Eine genau bestimmte Gasmenge bewegt sich so im Wäscher *N* aufwärts, wobei im Gegenstrom eine Reagenslösung selektiv einen Gasbestandteil absorbiert. Das verbleibende Gas strömt durch *K'* in eine 2. Gasbürette, wo das Volumen wieder genau bestimmt wird. Durch Hinter-

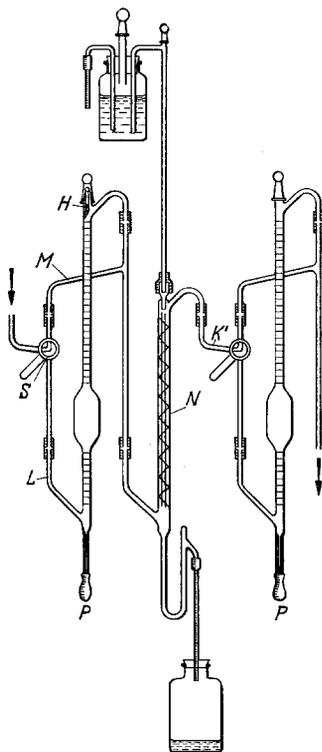


Abb. 1. Schematische Darstellung der Grundeinheit zur Gasanalyse mittels der Seifenfilmbtechnik nach GOEDERHAM.

einanderschalten solcher Einheiten läßt sich nun ein vollständiges System aufbauen, wobei jeder Wäscher mit einem spezifischen Absorbens für einen gegebenen Bestandteil beriebelt wird. Alle reaktionsfähigen Gasbestandteile werden so entfernt. Die Volumänderung bzw. die Bewegung der Seifenhaut in aufeinanderfolgenden Gasmessern gestattet die Ablesung und Berechnung des Prozentgehaltes jedes Bestandteiles. Die Verf. zeichnen außerdem im Original das Strömungsdiagramm eines Apparates zur Analyse von Stadtgas, dessen Arbeitsweise im einzelnen beschrieben wird. Gasgemische anderer Zusammensetzung lassen sich durch entsprechende Zusammenstellung der Apparatur ebenso analysieren.

H. SCHMIDT.

Für die Bestimmung von leichten Kohlenwasserstoffen in Kühlwasser oder Dampfcondensaten der Butadienfabrikation geben L. A. WEBBER und C. E. BURKS¹ ein einfach auszuführendes Verfahren an. Man bringt die zu untersuchende Wasserprobe (1000 ml oder mehr) in ein zylindrisches Glasgefäß, in das von unten her durch eine Sinterglasplatte reines CO₂-Gas (aus Trockeneis entwickelt) eingeleitet wird. Nach Durchtritt durch die Probe wird das Gas in ein Absorptionsgefäß mit darüber angeordneter Gasbürette geleitet, die beide mit 46% iger Kalilauge gefüllt sind. Die Kohlenwasserstoffe sammeln sich über der Lauge an. Wenn die Gasmenge nicht mehr zunimmt, liest man das Volumen in bekannter Art ab und bringt passende Korrekturen für die Wasserdampfension und für etwaige Verunreinigungen des verwendeten CO₂-

Gases an. Wenn die Art des zu bestimmenden Gases bekannt ist, kann man auf das Gewicht umrechnen. Andernfalls sammelt man hinreichende Mengen des Gases an und stellt die Zusammensetzung im ORSAT-Apparat, durch fraktionierte Destillation, Spektrophotometrie oder Dichtemessung fest. Der für die Durchführung der Bestimmung dienende Apparat ist in der Originalarbeit abgebildet. W. GOTTWALD.

Zur Bestimmung kleiner Reste an C₄-Kohlenwasserstoffen in den Absorptionsflüssigkeiten der Butadienfabrikation (Naphtha von Siedebereich 150—200° C oder Furfurol, Sp. 162° C) entwickelte R. E. HYZER² ein schnell ausführbares Destilla-

¹ Analyt. Chemistry 24, 1086—1087 (1952). Phillips Chemical Co., Borger, Tex. (USA).

² Analyt. Chemistry 24, 1093—1094 (1952). Sinclair Rubber Inc., Houston, Tex. (USA).

tionsverfahren. Der Apparat besteht aus einem 500 ml fassenden Destillationskolben mit eingeschliffrer Destillierkolonne, die an ihrem oberen Ende mit einem wassergekühlten Rückflußkühler („kaltem Finger“) verbunden ist. Die Kolonne ist mit kleinen RASCHIGringen (1 mm Glasröhren) gefüllt und von einem evakuierten Glasmantel umgeben. Der Rückflußkühler besitzt einen kleinen Dampfraum und so große Oberfläche, daß Äthanoldampf sicher kondensiert wird. Als Vorlage dient ein mit Trockeneis-Aceton gekühltes Zentrifugierrohr, das am unteren Ende bis 1,5 ml eine 0,1 ml-Teilung besitzt. — Man bringt in den evakuierten Kolben 250 ml Probe und läßt 50 ml denaturierten Äthylalkohol zufließen, der als Flüssigkeit von mittlerem Siedepunkt zum Austreiben der C₄-Kohlenwasserstoffe aus den hochsiedenden Absorptionsölen dient. Die Destillation erfolgt unter Atmosphärendruck bei allmählich gesteigerter Wärmezufuhr, bis am Rückflußkühler Tropfenbildung beobachtet wird. 1 min später wird das Erhitzen unterbrochen, die Vorlage aus dem Kältebad genommen und das Volumen des Destillates abgelesen, bevor die Temperatur merklich ansteigt. Zur Korrektur auf Raumtemperatur multipliziert man das abgelesene Volumen mit dem Faktor 1,4. Die gesamte Operation kann in 15 min durchgeführt werden. In synthetischen Proben wurden die zu Naphtha zugesetzten Mengen n-Butan sehr genau wiedergefunden.

W. GOTTWALD.

Zur Bestimmung der Acetylene in Butadien benutzt R. E. HYZER¹ das bekannte Verfahren, das darauf beruht, daß man die Probe durch alkoholische AgNO₃-Lösung leitet und die durch Reaktion der Acetylene mit AgNO₃ entstandene freie Salpetersäure mit Standardalkalilauge titriert. Es wird ein Apparat beschrieben, der die Bestimmung rasch (in 10 min) durchzuführen gestattet. Er besteht aus einem geeichten Behälter für die Gasprobe von etwa 1200 ml Inhalt, der oben und unten mit Dreiweghähnen verschlossen ist. Man füllt ihn mit dem zu untersuchenden Gas, liest die Temperatur und den Barometerstand ab und drückt das Gas dann mit Hilfe von Stickstoff durch 100 ml einer 5%igen alkoholischen AgNO₃-Lösung, die sich in einer Röhre von 18 mm \varnothing und etwa 90 cm Höhe befindet. Die Titration erfolgt mit 0,05 n NaOH-Lösung unter Verwendung eines Methylrot-Methylenblaumischindicators. In einem Leerversuch bestimmt man den Laugenverbrauch der verwendeten AgNO₃-Lösung und des Lösungswassers. Bis zu 3% Acetylene können bestimmt werden.

W. GOTTWALD.

Eine Schnellmethode zur Bestimmung von Wasser auf spektroskopischem Wege gründen H. J. MOROWITZ und H. P. BROIDA² auf die Veränderung des H : D-Verhältnisses einer Mischung von gewöhnlichem und schwerem Wasser durch Verdünnung mit dem H₂O der Probe, die im übrigen aber keinen leicht austauschbaren Wasserstoff enthalten darf. Man erwärmt z. B. 0,7 g eines kristallwasserhaltigen Salzes (CuSO₄ · 5H₂O, Na₂S₂O₃ · 5H₂O) mit 1 g einer Mischung von 99% D₂O + 1% H₂O und bestimmt das Intensitätsverhältnis der D β -Linie (4860,0 Å) zur H β -Linie (4861,3 Å) im Vergleich zu demselben Verhältnis bei der ursprünglichen D₂O : H₂O (99 : 1)-Mischung, wobei man das Dampfgemisch in einer elektrodelosen Hochfrequenzentladung zum Leuchten anregt. Bezeichnet man das Molverhältnis von normalem und schwerem Wasser in der „Reagens“-Mischung mit r , in der Analysenmischung mit R , das „Reagens“-Volumen in ml mit V und die Substanz-einwaage in g mit M , so errechnet sich der Wassergehalt f der Substanz nach der Näherungsformel $f = \frac{(R - r) \cdot V}{(1 + r) \cdot M}$. Die Ergebnisse sind bisher nur auf 3% genau, weil der Druck während der Entladung noch zu sehr schwankt.

F. NEUMANN.

¹ Analyt. Chemistry **24**, 1092—1093 (1952). Sinclair Rubber Inc., Houston, Tex. (USA).

² Analyt. Chemistry **24**, 1657—1658 (1952). Nat. Bur. Standards, Washington.