

Zur Analyse hochprozentiger Gase.

Von

HARTWIG FRANZEN.

Mit 1 Figur im Text.

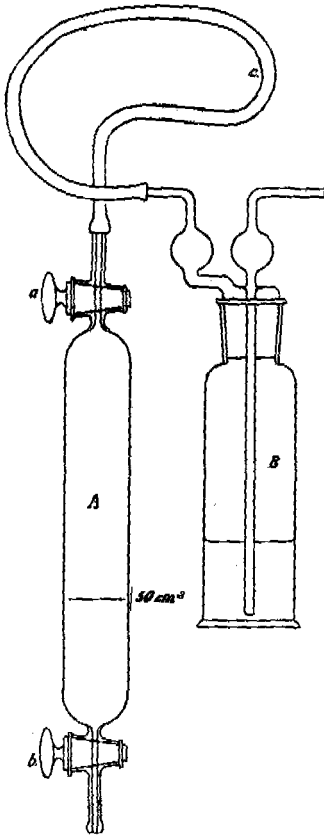
Bei der Analyse hochprozentiger Gase bietet das Sammeln einer größeren Menge des nicht absorbierbaren Gasrestes mit Hilfe der gewöhnlichen gasanalytischen Apparate gewisse Schwierigkeiten. Zum Sammeln des Gasrestes von leichtabsorbierbaren Gasen, wie z. B. Kohlendioxyd haben Hermann THIELE und HANS DECKERT¹ einen einfachen Apparat angegeben; dieser Apparat versagt aber, wenn es sich um die Analyse schwer absorbierbarer Gase, wie z. B. Sauerstoff, handelt.

Zur Gewinnung beliebiger Mengen eines nicht absorbierbaren Gasrestes hat mir folgender, sehr einfacher Apparat gute Dienste geleistet.

Der Apparat besteht aus einem weiten Glasrohr *A* von ca. 150 ccm Inhalt, an welches unten und oben zwei mit gewöhnlichen, einmal durchbohrten Glashähnen *a* und *b* versehene dünnere Glasröhren angeschmolzen sind. Auf dem Glasrohre *A* ist eine Marke, bis zu welcher das Rohr von unten nach oben gerechnet — ca. 50 ccm faßt — angebracht. Zur Ausführung einer Analyse füllt man *A* durch Gummischlauch und Trichter, genau wie bei der Buntbürette, von unten aus vollständig mit Wasser an; verbindet dann die Bombe, welche das zu untersuchende Gas enthält mit einer mit Wasser beschickten Waschflasche *B* und läßt das Gas einige Zeit durchströmen, um die Luft aus *B* zu verdrängen und das Wasser mit dem betreffenden Gase zu sättigen. Wenn alle Luft verdrängt ist, wird die Waschflasche, während das Gas noch

¹ *Zeitschr. f. d. ges. Kohlensäureindustrie* 13 (1907), 585 und *Zeitschr. angew. Chem.* 1907, Heft 18.

strömt, durch den ziemlich langen Gummischlauch *c*, aus welchem natürlich ebenfalls die Luft entfernt sein muß, mit dem oberen Ansatzrohr von *A* verbunden und die beiden Hähne *a* und *b* geöffnet. Das Gas tritt jetzt durch *a* ein und verdrängt das Wasser, welches bei *b* ausfließt. Wenn das Wasser die Marke 50 ccm erreicht hat,



wird Hahn *a* geschlossen und mit Hilfe einer BUNTESchen Saug- und Druckflasche das Wasser aus *A* entfernt, genau wie beim Arbeiten mit der Buntebürette. Das in einem Schälchen befindliche Absorptionsmittel wird nun aufgesaugt, Hahn *b* geschlossen, Hahn *a* geöffnet, Rohr *A* aus dem Stativ herausgenommen und kräftig geschüttelt. Die Absorption des Gases vollzieht sich rapide, was man an dem schnellen Durchperlen des Gases durch das Wasser der Waschflasche beobachten kann. Das Schütteln wird so lange fortgesetzt, bis der Gasstrom sehr langsam geworden ist. Jetzt ist entweder das Absorptionsmittel verbraucht oder der Raum über dem Absorptionsmittel mit dem nicht absorbierbaren Gase angefüllt. *a* wird nun wieder geschlossen, das Absorptionsmittel auf demselben Wege wie vorhin das Sperrwasser aus dem Rohre entfernt und durch neues ersetzt.

Hahn *a* wird wieder geöffnet und mit dem Schütteln fortgefahren; tritt jetzt kein lebhaftes Durchperlen des Gases durch die Waschflasche mehr ein, so ist der Raum über dem Absorptionsmittel tatsächlich schon mit dem nicht absorbierbaren Gase gefüllt; im anderen Falle wird weiter geschüttelt bis auch die neue Absorptionsflüssigkeit verbraucht ist; dann wird wieder gewechselt und so fort, bis schließlich frisch eingeführtes Absorptionsmittel kein neues Nachströmen des Gases mehr hervorruft. Jetzt ist der Raum über der Absorptionsflüssigkeit sicher mit ca. 100 ccm

von dem nicht absorbierbarem Gase gefüllt. Dieses Gas kann nur in einen der gebräuchlichen gasanalytischen Apparate — HEMPELS Apparate, Buntebürette usw. — überführt und in diesen weiter untersucht werden. Zum Zwecke des Überführens z. B. in eine HEMPELSche Bürette, wird Schlauch *c* von *A* gelöst, an dem freien Ende von *a* mit einer Ligatur ein Stückchen starkwandiger Gummischlauch befestigt und dieser samt dem oberen Ansatzstück von *a* mit Hilfe einer kleinen umgebogenen Pipette¹ mit Wasser angefüllt und durch eine Verbindungscapillare mit einer mit Wasser gefüllten HEMPELSchen Bürette verbunden. Der untere Teil von *b* wird durch einen Gummischlauch mit einer Niveauflasche verbunden, wobei darauf zu achten ist, daß sich keine Luftblasen verfangen, und *a* und *b* geöffnet. Der Quetschhahn an der HEMPELSchen Bürette wird nun geöffnet, das Niveaurrohr tief gestellt, die Niveauflasche gehoben und so die gewünschte Menge des Gases überführt.

Verläuft die Absorption eines Gases zu heftig, so wird nicht geschüttelt, sondern *A* in dem Stativ mehr oder weniger schräg zur Vergrößerung der Oberfläche der Flüssigkeit eingestellt, bis die gewünschte Schnelligkeit des Gasstromes erreicht ist. In dieser Weise kann auch verfahren werden, wenn es nicht darauf ankommt, den Gasrest möglichst schnell zu gewinnen. Bei der Untersuchung von Sauerstoff z. B. wird nach Einführung des Absorptionsmittels Rohr *A* wagerecht eingeklammert und das Ganze sich selbst überlassen, bis der Gasstrom ganz langsam geworden ist; dann wird umgeschüttelt und wiederum ruhig stehen gelassen.

Bei der Untersuchung von hochkonzentriertem Sauerstoff darf auf keinen Fall alkalische Pyrogallollösung als Sauerstoffabsorptionsmittel benutzt werden, da ja die Absorptionsflüssigkeit bis zur Erschöpfung ausgenutzt wird und in diesem Falle bei der Einwirkung von Sauerstoff auf alkalische Pyrogallollösung größere Mengen von Kohlenoxyd, welche in den Gasrest hineingelangen und dessen Zusammensetzung verändern, entstehen. Das beste Absorptionsmittel für diese Zwecke, ist die von mir² empfohlene alkalische Natriumhydrosulfidlösung, welche bei der Reaktion mit Sauerstoff keine anderen Gase entstehen läßt.

¹ H. FRANZEN, „Gasanalytische Übungen“, Leipzig 1907, S. 10.

² *Berichte* 39 (1906), 2069.

Heidelberg, Chemisches Laboratorium der Universität.