



2168 - 30/4.03

Bericht des Herrn Dr. Keller:

Die Edeligkeit von Kohlensäure, Schwefeldioxyd und  
Schwefelwasserstoff in organischen Flüssigkeiten.

Veröffentlichung /  
Chemisch-physik. Versuch. Sp.

Opava, den 1. September 1936

**SCHWELFENSTOFF IN ANGEWANDTEN FLÜSSIGKEITEN**

**Inhalt:**

- 1.) Einleitung.
- 2.) Angewandte Gase.
- 3.) Angewandte Lösungsmittel.
- 4.) Angewandte Apparatur, Arbeitsweise, Auswertung  
der Absorptionswerte.
- 5.) Versuchsergebnisse.
- 6.) Zusammenfassung.
- 7.) Tabellen.

Schwefelwasserstoff für sich oder als Bestandteile technischer Gasgemische in Berührung mit organischen Flüssigkeiten. Es ist also wichtig die diesbezüglichen Löslichkeitsverhältnisse zu kennen. Darüber hinaus war es interessant diese Verhältnisse zu studieren vom Standpunkt einer Möglichkeit die genannten Gase unter einander oder aus anderen Gasgemischen abzutrennen durch einfache Wäsche mit organischen Flüssigkeiten. Systematische Versuche in dieser Richtung erscheinen wichtig, da viele Erfahrungen ganz allgemein zeigten, dass Kohlensäure, Schwefeldioxyd und Schwefelwasserstoff nicht nur in Wasser, sondern auch in organischen Flüssigkeiten ganz beträchtliches Lösungsvermögen aufweisen.

Dabei ist zu bemerken, dass für  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  bereits Waschverfahren mit bestimmten organischen Flüssigkeiten bekannt sind, nach denen Verbindungen gebildet werden, welche leicht wieder zersetzt werden können. Es handelt sich dabei insbesondere um das „Alkacidverfahren“ der I.G. Farbenindustrie nach welchem  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  mit Lösungen von starken anorganischen Basen mit schwachen organischen Säuren ausgewaschen werden <sup>1)</sup> und um Verfahren nach welchem  $\text{SO}_2$  mit organischen Basen ausgewaschen werden <sup>2)</sup>, z.B. das Sulfidatverfahren der Metallgesellschaft A.G. oder das Phenolat-Verfahren der Koppers Co. Pittsburgh, nach welchem  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  mit Gemischen starker organischer

Diese mit Wasserstoff aus Argonblei hergestellten Gase werden

folgende Arbeit über die gasförmigen Verbindungen, welche auf chemischer Verbindung der Gase beruhen nicht berücksichtigt werden. Es sollen hier die rein physikalischen Löslichkeitsverhältnisse von  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  in einer großen Anzahl organischer Flüssigkeiten systematisch untersucht, Zusammenhänge geklärt und praktische Auswertungsmöglichkeiten geprüft werden, insbesondere in Hinblick auf Reinigung und Trennung technischer Gasgemische.

- 1) Chemische Fabrik 1936, Seite 283.
- 2) Metallgesellschaft A.G.: D.R.P. 606 447, 621 529, 621 760, 623 018, 645 879.  
Ges. f. Chem. Industrie: D.R.P. 557 723.  
J.C.I. : B.P. 371 338.  
Giba : F.P. 595 500, E.P. 359 926.  
Boswell u. Beal: A.P. 2 047 819.

### 2. Angewandte Gase.

Es kamen zur Verwendung:

- $\text{CO}_2$  aus Stahlflaschen . . . . . 98%ig.
- $\text{SO}_2$  " Stahlflaschen, gewaschen mit conc. Schwefelsäure 100%ig.
- $\text{H}_2\text{S}$  " Schwefeleisen, gewaschen mit Wasser, verflüssigt, destilliert und über Chlorcalcium geleitet . . . . 99%ig

### 3. Angewandte Lösungsmittel.

Für die Absorptionsversuche wurden sämtliche erhältlichen organischen Flüssigkeiten herangezogen, soweit sie nicht infolge zu hoher Dampftension, zu hoher Viskosität oder zu hohem Preises ausscheiden mussten.

Es wurde auch in vorliegender Arbeit die "Löslichkeit" untersucht, also das von 1 ccm Flüssigkeit absorbierte Gasvolumen bei 0°C, reduziert auf Normalzustände. Die Werte wurden in Tabellen niedergelegt<sup>1)</sup>.

- Tabelle A: aliphatische organische Flüssigkeiten.
- " B: aromatische organische Flüssigkeiten.
- " C: heterocyklische organische Flüssigkeiten.

In den Tabellen D, E und F wurden für die 3 Gase die 25 besten Lösungsmittel mit den entsprechenden Löslichkeitswerten niedergelegt.

1) Fußnote 1 bedeutet Zunahme infolge hoher Dampftension. Fußnote 2 bedeutet Reaktion der Gase mit dem Lösungsmittel.

### 5. Versuchsergebnisse.

Die mit CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S bei + 20°C unter at-Druck in organischen Flüssigkeiten durchgeführten Absorptionsversuche (siehe Tabellen) ergeben folgendes:

1.) Die Löslichkeit von CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S in den meisten organischen Flüssigkeiten ist wesentlich höher als in Wasser und erreicht in den meisten Fällen vielfache Beträge; so werden bei + 20°C und at Druck von 1 ccm in einigen Fällen (red. auf N.U.) absorbiert:



Die Löslichkeit der Gase in Wasser ergibt:

Die Löslichkeit der Gase in organischen Flüssigkeiten für die mit 25  
untersuchten Flüssigkeiten ist in Tabelle D besonders für organische  
Flüssigkeiten, welche die Carbonyl- oder Carboxylgruppe ent-  
halten, soweit sie nicht in Reaktion treten, insbesondere  
Ester und Säuren. Für die einzelnen Gase eignen sich beson-  
ders:

CO<sub>2</sub>: Aldehyde, Ketone, Säuren, Ester und deren Derivate,  
sowie Pyridin und Acetonitril.

SO<sub>2</sub>: Ketone, Ester und deren Derivate, sowie Acetonitril,  
Formamid und Chinolin.

H<sub>2</sub>S: Einige Ketone, Ester und deren Derivate, sowie Pyri-  
din, Acetonitril, Chinolin und Chinolin.

Für alle 3 Gase wurden in gesonderten Tabellen D, E und F  
die 25 besten der untersuchten Lösungsmittel zusammengestellt  
mit den zugehörigen „ Löslichkeiten “.

#### 6.) Zusammenfassung.

Es wurde die Löslichkeit von CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S in eine  
großen Anzahl organischer Flüssigkeiten bei gewöhnlichem  
Druck und + 20°C ermittelt. Es zeigte sich, dass bei den ge-  
nannten Gasen die Löslichkeitswerte in den meisten Fällen  
vielfache Beträge der Löslichkeit in Wasser ausmachen, so  
dass eine weitgehende Anreicherung bzw. Abtrennung von CO<sub>2</sub>,  
SO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S aus Gasgemischen durch rein physikalische Absorp-  
tion in organischen Flüssigkeiten und Wiederaustreiben mög-  
lich scheint. Als solche rein physikalisch wirkende Lösungs-  
mittel eignen sich insbesondere organische Flüssigkeiten,  
welche die Carbonyl- oder Carboxylgruppe enthalten, insbeson-



Die Arbeit wurde durchgeführt, um die physikalischen  
Eigenschaften der Gase zu untersuchen. Die folgenden Ergebnisse sind  
aus den Versuchsdaten zu entnehmen. Die Gase wurden in  
einer Reihe von Versuchsbedingungen untersucht, um die  
physikalischen Eigenschaften zu bestimmen.

Es ist geplant, mit besonderer Sorgfalt, die physikalischen  
Eigenschaften der Gase zu untersuchen. Die folgenden Ergebnisse sind  
aus den Versuchsdaten zu entnehmen. Die Gase wurden in  
einer Reihe von Versuchsbedingungen untersucht, um die  
physikalischen Eigenschaften zu bestimmen.

---

Die Arbeiten wurden durchgeführt im Jahr 1937.

*Handwritten signature*



Hepton	0,94	9,25	5,25
Iso-Oktan (2, 2, 4 Trimethylpentan)	0,98	8,6	5,2
Iso-Oktylen (Trimethylpenten 1)	1,14	25,4	7,02
<u>Halogenverbindungen.</u>			
Methylchlorid		44,3	5,6
Chloroform		41,5	12,7
Bromoform	1,27	27,55	17,5
Tetrachlorkohlenstoff	0,35	15,21	7,26
Äthylchlorid	2,07	68,95	16,92
Dichloräthylen		28,9	5,76
Trichloräthylen	1,46	33,2	10,5
Tetrachloräthylen	1,69	17,0	8,0
Trichloräthan	2,78	69,9	16,15
Tetrachloräthan	2,36	55,0	15,88
Pentachloräthan	2,10	26,6	11,12
Äthylbromid	1,78	64,1	17,2

	1,78	21,2	10,07
		41,0	0,23
<u>Abkürzungen</u>			
Formamid	1,78	241,9	7,55
Diäthylamin			14,47
Triäthylamin			
Äthylendiamin			
<u>Säure u. deren Salze-</u> <u>Verbindungen</u>			
Methanol	2,07	19,77	14,14
Ethanol	1,78	113,1	10,44
Propylalkohol	2,01	82,5	10,8
Butylalkohol	1,47	77,0	9,15
Amylalkohol	1,96	69,0	9,73
Hexylalkohol	1,77	58,7	8,33
Äthylalkohol	1,53	54,2	8,38
Propylalkohol	1,75	52,9	8,64
Butylalkohol	1,51	32,4	7,38
Äthylalkohol	2,37		11,88
Äthylenglycol	1,15	109,5	6,52
Duäthylglycol	1,19	84,7	6,87
Äthylendichlorhydrin	2,33	126,0	12,69

<u>Ather.</u>			
Äthyläther		81,8	6,17
Amyläther iso	1,95	39,4	9,06
PA Dichloräthyläther	2,47	118,9	16,45
<u>Aldehyde u. deren Abkömmlinge.</u>			
Formaldehyd (Lösung 30%)	1,65		
Paraldehyd	2,79		18,7
<u>Ketone u. deren Abkömmlinge.</u>			
Aceton	1,96	281,7	20,35
Acetylaceton	4,17	186,8	17,84
Methyläthylketon	3,49	224,2	23,3
Diisopropylketon	3,26	122,1	17,16
Aldol	0,89		
Acrolein	0,45	251,5	
Chloraceton	3,49	192,5	17,5
<u>Säuren, einbasische gesätt.</u>			
Ameisensäure	2,25	98,7	5,31
Eisessig	4,15	144,6	12,21
Essigsäureanhydrid	5,12	217,6	16,06
Propionsäure	5,95	99,3	12,08
Buttersäure	3,59	70,8	11,53
Valeriansäure	3,03	56,6	10,15
Benztraubensäure	0,28	72,7	

Chlorwasserstoffsäure, Essigsäure.

Hydrochloridsäure	8,91	67,8	10,15
Dichloräthylchlorid		29,7	0,1

Säurechloride, Säureamide.

Acetylchlorid		87,3	7,6
---------------	--	------	-----

Ester.

Acetessigsäures Methyl		158,1	0,97
" Äthyl	1,29	183,1	13,0
" Propyl	3,58	163,0	16,85
Essigsäures Methyl	2,40	231,0	17,25
" Äthyl	4,17	197,7	20,55
" Propyl	4,25	166,3	20,2
" Butyl n	4,19	143,3	18,6
" Amyl iso	4,02	123,9	17,25
Propionsäures Methyl	3,91	186,6	19,7
" Äthyl	2,27	159,2	20,5
Buttersäures Äthyl	4,02	135,3	18,3
Malonsäurediäthylester	4,31	176,5	17,2
Malonsäures Äthyl	4,11	170,4	17,65
Glykolmonoacetat	5,36	206,8	15,47
Glykoldiacetat	4,48	214,0	17,7
Methylglykolacetat	5,12	265,8	24,2
Äthylglykolacetat	4,63	208,8	23,1
Butylglykolacetat	3,77	158,8	19,65
Malonsäurediäthylester	4,0	170,0	17,3
Bernsteinsäureäthylester	3,84	165,3	18,5
Acetessigester	4,14	197,4	17,95
Acetonitril	5,39	280,0	20,28
Chloressigsäurediäthylester	3,75	144,1	17,1
Chloroäthylsäurediäthylester	5,56	105,9	12,75

	1,68	170,1	12,65
	1,45	177,4	
<u>in der unteren Gruppe</u>			
Schneeflockenleinstoff		0,86	1,81
<u>Fette, Öle und Wachse</u>			
Kienöl	1,42	27,1	8,02
Leinöl	1,45	35,8	8,27
Oliveneröl	1,27	30,0	7,47
Sesamöl	1,28		
Terpentinöl	1,46	25,1	7,32
Kleberöl	1,26	31,5	7,91
Büböl	1,21	29,2	7,13

Kohlenwasserstoffe.

Benzol	0,61	78,5	1,7
Toluol	1,95	87,5	13,75
Äthylbenzol	1,65	99,4	12,65
Cumol	1,61	68,6	10,75
Styrol	1,82	74,8	15,3
XyloI (Gemisch)	1,83	79,3	12,4
Mesitylen	1,76	82,6	10,72
Pseudocumol	1,74	76,8	11,65
Cumol para	1,59	60,0	10,39
Cyclohexan		8,0	5,26
Tetralin	1,2	65,5	10,8
Methylnaphthalin	1,12	66,2	10,72

Halogenverbindungen der Kohlenwasserstoffe

Chlorbenzol	2,3	59,1	12,74
Brombenzol	1,72	52,2	12,76
Jodbenzol	1,19	40,2	12,0
Benzylchlorid	1,73	75,1	12,7
Benzalchlorid	1,65	50,0	11,38
Benzotrìchlorid	1,35	29,6	8,76
Dìchlorbenzol ortho	1,65	59,9	10,0
Chlortoluol o	1,79	51,0	10,92
" m	1,75	51,0	10,66
" p	1,87	52,4	11,1
Bromtoluol o	1,43	89,2	11,4
Trìchlorbenzol	1,47	25,2	8,18
Chlornaphthalin	0,96	40,0	8,64
Bromnaphthalin	0,93	35,0	8,47

Nitroverbindungen der Kohlenwasserstoffe

Nitrobenzol	2,44	108,4	12,4
Nitrotoluol o	2,25	95,4	11,62
" m	2,13	92,5	11,2





	2,00		
Salicylsäure-Methylester	2,55	80,1	11,2
Salicylsäure-Ethylester	2,53	78,3	10,94
Triäthylphosphat	1,22	73,4	10,5
<u>Terpene.</u>			
Dipenten	1,49	42,4	9,0
Limonen	1,52	53,6	10,15

Chinoidin	1 75	(2)	18 6
Chinoidin	1 75	(2)	17 5
Chinoidin	(2)	(2)	(2)
Chinoidin	(2)	(2)	17 5
Chinoidin	1 75	(2)	18 6

Essigsäure	4,25
Essigsäureäthylester	4,17
Essigsäurebutylester	4,69
Äthylglycolacetat	4,63
Glycoldiacetat	4,48
Oxalsäurediäthylester	4,31
Essigsäure Propyl	4,25
" Butyl "	4,19
" Äthyl	4,17
Acetylacetone	4,17
Acetessigester	4,14
Eisessig	4,13
Malonsäure Äthyl	4,11
Buttersäure Äthyl	4,02
Essigsäure Amyl iso	4,02
Malonsäurediäthylester	4,0
Propionsäure	3,95
Propionsäure Methyl	3,91
Cyclohexanon	3,84
Pyridin	3,84
Bernsteinsäureäthylester	3,84
Butylglycolacetat	3,77
Chloressigsäureäthylester	3,73
Epichlorhydrin	3,72

Acetessigester	197,4
Äthylglycolacetat	208,8
Formalin	241,9
Acrolein	231,5
Essigsäures Methyl	231,0
Epichlorhydrin	226,5
Methyläthylketon	224,2
Chinolin	224,2
Essigsäureanhydrid	217,6
Glykoldiacetat	214,0
Cyklohexanon	211,2
Äthylglycolacetat	208,8
Glycolmonocetat	206,8
Essigsäures Äthyl	197,7
Methanol	197,7
Acetessigester	197,4
Chloraceton	192,5
Acetylaceton	186,8
Propionsäures Methyl	186,6
Ameisensäures Äthyl	183,1
Dimethylsulfat	178,1
Oxalsäurediäthylester	176,5
Furfural	172,0
Malonsäurediäthylester	170,0

	in der Flüssigkeit stat bei 170° und at Druck von 765 (red. auf N.U.).
Pyridin	29,5
Methylglycolacetat	24,4
Methyläthylketon	23,3
Äthylglycolacetat	23,1
Essigsäures Äthyl	20,55
Propionsäures Äthyl	20,50
Aceton	20,35
Acetonitril	20,28
Essigsäures Propyl	20,20
Propionsäures Methyl	19,7
Butylglycolacetat	19,65
Epichlorhydrin	19,45
Äthylanilin mono	19,06
Paraldehyd	18,7
Essigsäures Butyl n	18,6
Chinaldin	18,6
Bernsteinsäureäthylester	18,3
Buttersäures Äthyl	18,3
Acetessigester	17,95
Glycoldiacetat	17,7
Malonsäures Äthyl	17,65
Chinolin	17,5
Bromoform	17,5
Essigsäures Methyl	17,25
Essigsäures Amyl-iso	17,25