

J

Bestimmung des Gasolgehaltes im Endgas durch Titration der Olefine. (Bei Rheinpreussen)

In eine mit 2 Hähnen versehene Flasche von genau bekanntem, mindestens 1 Ltr. großen Inhalt (Sauerstoffbestimmungsflasche Ruhrgasmodell) wird das zu probende Gas eingefüllt. Walss das Einziehen des Gases durch Abfließen von Wasser aus der Flasche erfolgt, ist darauf zu achten, daß kein großer Wasserrückstand in der Flasche zurückbleibt. Man läßt nun durch einen Hahn eine genau gemessene Menge $n/10$ Bromid-Bromatlösung etwa 10 ccm eintreten, erforderlichenfalls unter gleichzeitigem vorsichtigem Öffnen des zweiten Hahnes. Die $n/10$ Bromlösung wird hergestellt aus 50 g Lithiumbromid, 13,9183 g Kaliumbromat auf 5 Ltr. aufgefüllt. Darauf werden 20 ccm verdünnte, ca. 2 n Schwefelsäure (nicht Salzsäure) in gleicherweise zugegeben. Nach dem Einfüllen der Lösungen wird durch kurzes Öffnen des zweiten Hahnes Druckausgleich in der Flasche hergestellt. Man bringt jetzt die Flasche für die Dauer von $1/2$ Stunde auf die Schüttelmaschine und läßt den Inhalt kräftig durchschütteln. Während der ganzen Zeit soll die Flasche vor Licht geschützt gehalten werden. Der Inhalt der Flasche muß nach dieser Zeit noch deutlich gelb gefärbt sein, andernfalls ist nach Zusatz von mehr, genau bestimmter Bromid-Bromatlösung weiter zu schütteln.

Nach dem Schütteln setzt man ca. 10 ccm 10%ige Jodkaliumlösung zu, schüttelt um und titriert das ausgeschiedene Jod in der Flasche selbst mit $n/10$ Thio-sulfat.

1 ccm $n/10$ Bromlösung = 1,10 ccm C_nH_m (mit Doppelbindung)

Bei Flaschen mit Schliffstopfen ist darauf zu achten, daß beim Fetten kein Vahnfett bis ins Flascheninnere dringt, da das Fett Brom verbraucht.

Berechnun sbeispiel.

Inhalt der Flasche	1520 ccm
Volumen der Bromidlösung	10 "
" der Schwefelsäure	20 "
angew. Gasmenge ccm	1490 ccm
Barometerstand	755 mm
Temperatur	18,0°
Wasserdampftensionen	15,5 mm
Reduktionsfaktor	0,9128

Reduziertes Gasvolumen	1490 · 0,9128 = 1360
Verbrauchte n/10 Na_2SO_3	3,50 ccm
Verbrauchte Bromlösung	10 - 3,50 = 6,5 ccm
entsprechend 6,5 · 1,10 =	7,14 ccm C_nH_m
Prozent Olefine im Gas $\frac{7,14 \cdot 100}{1360}$	= 0,525 Vol.%
Olefingehalt im Flüssiggas	40%
Gesamtgasolgehalt im Gas	$\frac{0,525 \cdot 100}{40} = 1,31 \text{ Vol.}\%$