

erwärmt $\frac{1}{4}$ Stunde gelinde und fällt nach dem Erkalten vorsichtig mit Wasser aus. Schmp. 98–100°, bei weiterem Erhitzen Zersetzung¹⁾.

Das Hydrazon löst sich leicht in warmer Natronlauge, kommt aber beim Ansäuern nur langsam wieder heraus.

Beim Erwärmen der Santononsäure mit Bleisuperoxyd in Gegenwart von Essigsäure entwickelt sich bald Kohlensäure; die Beendigung der Reaktion erfordert aber längere Zeit und besondere Vorsicht.

Ein charakteristisches Salz der Säure darzustellen gelang nicht; auch die Schwermetallsalze scheinen relativ leicht löslich zu sein.

Bei einigen Versuchen hat mich mein derzeitiger Privatassistent Hr. Dr. Moscherosch unterstützt, dem ich auch an dieser Stelle danke.

Straßburg, Chem. Institut der Universität, Ende April 1915.

105. O. Hauser† und H. Herzfeld: Zum Nachweis des Methans. II.

(Eingegangen am 3. Mai 1915.)

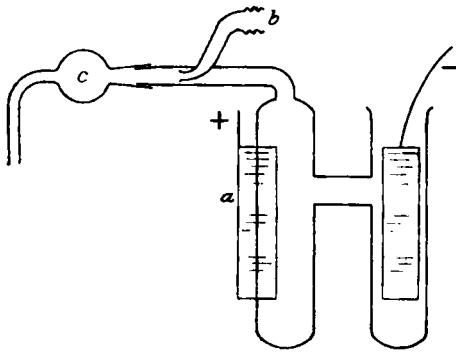
Wie wir bereits ausgeführt haben²⁾, läßt sich das Methan mit Sicherheit identifizieren, indem es durch Ozon zu Formaldehyd oxydiert und mittels der Mannichschen Reaktion mit Morphin-Schwefelsäure nachgewiesen wird. Wir haben nach vielfachen Versuchen einen einfachen, kleinen Apparat konstruiert, der es erlaubt, binnen kürzester Zeit einen Methangehalt in Luft festzustellen. Zur Ozon-Entwicklung benutzen wir die Elektrolyse von verdünnter Schwefelsäure an einer Platinelektrode, nach Maßgabe der Bedingungen, welche von F. Fischer³⁾ ermittelt worden sind. Indessen umgehen wir die lästige Kühlung der Anode mittels strömenden Wassers durch eine in einfachster Weise von außen kühlbare Elektrode. Nach vielen Versuchen gelang es uns, die Elektrode aus dünnem Platinblech der

¹⁾ Bei neueren Versuchen zeigte das Hydrazon einen fast um 10° höheren Zersetzungspunkt, der noch dazu in hohem Grade von der Schnelligkeit des Erhitzens abhängig ist. Die Analyse zeigte, daß drei Phenylhydrazinreste in das Molekül eingetreten sind. Die Bildung dieses Körpers, der vermutlich ein Hydrazid ist, scheint durch etwas erhöhte Temperatur begünstigt zu werden. Hierüber sollen weitere Versuche noch Aufschluß geben.

²⁾ O. Hauser und H. Herzfeld, B. 45, 3515 [1912].

³⁾ F. Fischer und Karl Massenez, Über die Darstellung von Ozon durch Elektrolyse, Z. a. Ch. 52, 202, 229 [1907].

Länge nach in die Glaswand so einzuschmelzen, daß die eine Hälfte nach außen, die andere Hälfte nach innen ragt. Wird das Gefäß von außen durch Eiswasser gekühlt, so behält die Anode während der Elektrolyse eine hinreichend niedrige Temperatur, um die Zerstörung des gebildeten Ozons an der Platinfläche genügend zu unterdrücken. Die übrige Anordnung ergibt sich ohne weiteres aus der beigelegten schematischen Zeichnung.



Bei *b* wird das zu untersuchende Gasgemisch eingeleitet und der entstandene Formaldehyd in dem angeschliffenen Vorstoß *c* an feuchter Glaswolle adsorbiert. Man bringt nach beendeter Reaktion die feuchte Glaswolle vorsichtig in das Morphin-Schwefelsäure-Gemisch und spült mit Wasser nach, wobei Sorge zu tragen ist, daß das Wasser sich nicht mit der Schwefelsäure mischt,

sondern darüber geschichtet bleibt. Es ist zu beachten, daß die Reaktion (Violett-Färbung an der Randzone) erst nach einigen Minuten vollendet ist. Die Elektrolyse geschieht mit mäßiger Stromdichte mit $2\frac{1}{2}$ Amp.

Die nachstehenden Versuche wurden mit Leuchtgas-Luft-Gemischen verschiedener Konzentration ausgeführt, das Leuchtgas enthielt ca. 38% Methan.

Tabelle.

| Das Leuchtgas-Luft-Gemisch enthielt | Angewandt | Reaktion |
|---|-----------|-------------------|
| 45 % Leuchtgas = 17.1 % CH ₄ | 900 ccm | scharf |
| 30 » » = 11.4 » » | 900 » | » |
| 20 » » = 7.6 » » | 900 » | » |
| 10 » » = 3.8 » » | 900 » | » |
| 5 » » = 1.9 » » | 900 » | deutlich sichtbar |
| 5 » » = 1.9 » » | 1800 » | scharf |

Man kann demnach sagen, daß mittels dieser einfachen Apparatur 0.02—0.025 g Methan in wenigen Minuten mit voller Sicherheit als Formaldehyd nachgewiesen werden können.

Berlin, Technologisches Institut der Universität.