

Untersuchungen von Luxmasse bzw. Grobreinigermasse.

1. Bestimmung der Schwefelwasserstoffaufnahme-fähigkeit.
2. Bestimmung des Wassergehaltes.
3. Bestimmung des Schwefelgehaltes

Untersuchung frischer Gasreinigungsmasse auf ihre  
Schwefelwasserstoffaufnahme-fähigkeit.

Schwefelung der Masse mit reinem Schwefelwasserstoff (Anlehnung an die Vorschrift von H. Broche, Brennstoffchemie 13, 205 (1932)).

Apparatur:

*oder Ruhiges-Verfahren (s. 1. Stelle)*

Das Beladungsrohr besteht aus einem unten konisch verjüngten Glasrohr (100 mm lang und 32 mm $\phi$ ), das oben durch einen durchbohrten Gummistopfen abgeschlossen ist, durch den die Abgase in einen Abzug geleitet werden. Die Verjüngung, auf der ein Porzellansieb zur Aufnahme der Masse liegt, setzt sich in ein gebogenes Glasrohr fort, an das ein Blasenähler angeschlossen ist. Der Blasenähler steht mit einem Schwefelwasserstoff-Kipp bzw. der Luftleitung in Verbindung. Die ganze Apparatur hängt in einem Wasserbad.

Ausführung:

Man füllt eine gute Durchschnittsprobe der zu untersuchenden Masse in angefeuchtetem Zustande (entspr. genau 20,0 g trockener Masse) gleichmässig und locker in das Beladungsrohr ein und leitet eine Stunde lang Schwefelwasserstoff durch die Masse, wobei die Geschwindigkeit etwa 2 Blasen/Sek. betragen soll.

Darauf wird 2 Stunden lang mittels Durchleiten von Luft (5 - 6 Blasen/Sek.) regeneriert, wobei das Wasserbad schwach erwärmt wird (höchstens 30 - 40 $^{\circ}$ C), während das Wasserbad bei der Beladung mit Schwefelwasserstoff kalt bleibt. Man wiederholt diese Behandlung abwechselnd eine Stunde Schwefelwasserstoff/2 Stunden Luft im ganzen etwa 30 mal. Nach Beendigung der Schwefelung wird die Masse aus dem Röhrchen möglichst quantitativ in ein flaches Porzellanschälchen gebracht und bei 70 $^{\circ}$  C im Trockenschrank getrocknet, worauf der Schwefelgehalt in der üblichen Weise durch Extraktion mit Schwefelkohlenstoff bestimmt wird.

Berechnung:

Die Schwefelkapazität, d.h., der Schwefelgehalt der trockenen Masse errechnet man wie folgt:

a = gefundene Menge S in g, so ist die Schwefelkapazität

$$\frac{100 \times a}{a + 20} = \% S \quad \text{Die von 100 g getrockneter Masse aufgenommene Schwefelmenge:}$$

$$\frac{a \times 100}{20} = g S$$

Beispiel: Vergleich von Luxmasse, Raseneisenerz und Gemisch  
 (Das Gemisch besteht aus etwa gleichen Teilen Luxmasse, Raseneisenerz und verbrauchter Masse mit einem schon vorhandenen Schwefelgehalt von 14,38 % in trockener Masse).  
 Der Wassergehalt war durchschnittlich bei allen 45 %.  
 Nach der Schwefelung wurden folgende Mengen Schwefel gefunden:

Luxmasse	34,141 g	
Raseneisenerz	12,030 g	
Gemisch	29,036 g	(davon sind neu aufgenommen. 26,16 g)

Angewandt waren je 20 g zur Schwefelung. Daraus errechnet sich die Schwefelkapazität:

$$\begin{aligned} \text{Luxmasse} & \frac{100 \times 34,141}{34,141 + 20} = 63,06 \% \\ \text{Raseneisenerz} & \frac{100 \times 12,030}{12,030 + 20} = 37,56 \% \\ \text{Gemisch} & \frac{100 \times 29,036}{26,160 + 20} = 62,90 \% \text{ (davon } 56,67\% \text{ neu)} \end{aligned}$$

Die von 100 g trockener Masse aufgenommene Schwefelmenge:

$$\text{Luxmasse } 34,141 \times 5 = 170,7 \text{ g}$$

$$\text{Raseneisenerz } 12,030 \times 5 = 60,2 \text{ g}$$

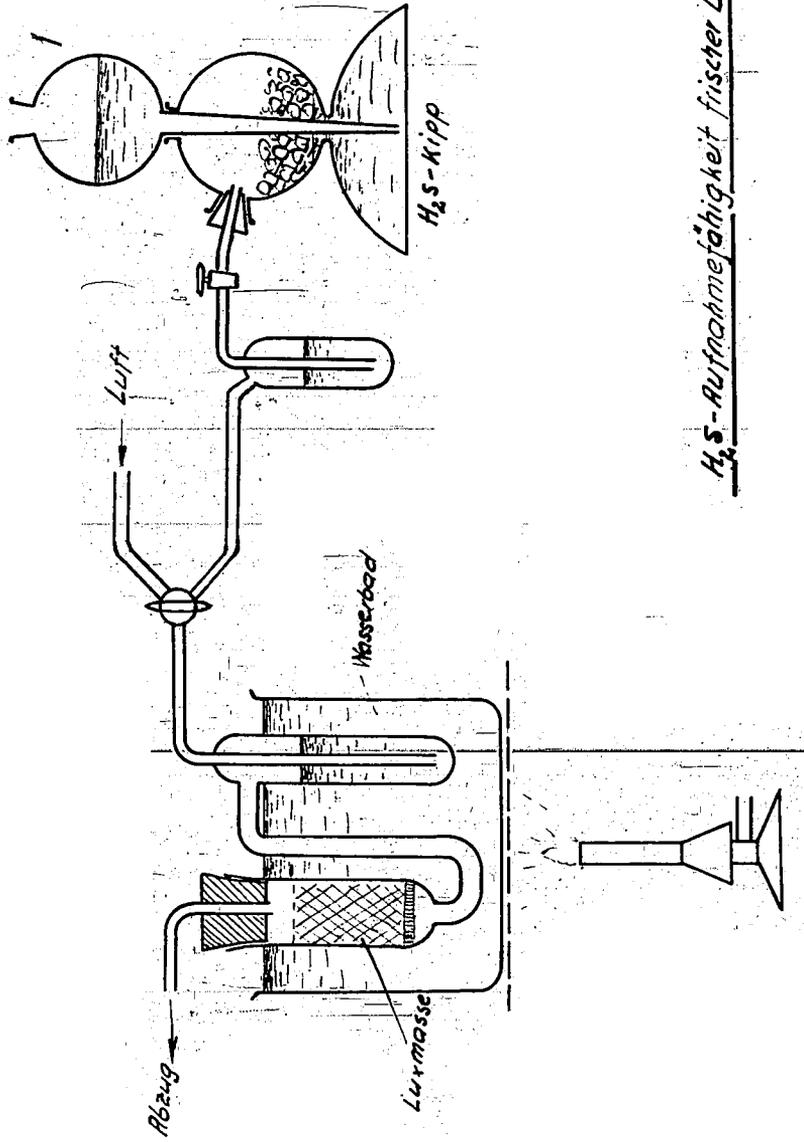
$$\text{Gemisch } 26,160 \times 5 = 130,9$$

Das Verhältnis des von 100 g Masse aufgenommenen Schwefels = Aktivitätszahlen:

$$\text{Luxmasse } 2,8$$

$$\text{Raseneisenerz } 1,0$$

$$\text{Gemisch } 2,2$$



H<sub>2</sub>S-Aufnahmefähigkeit frischer Luxmoss.

Bestimmung des Wassergehaltes in Grobreinigermasse.

a) frische Masse.

Man wägt mehrere rund 20,0 g schwere Proben der zu untersuchen-  
den Gasreinigungsmasse in gewogene Porzellenschalen ein und  
trocknet sie 24 Stunden im Trockenschrank bei 110° C. Der Mit-  
telwert der Gewichtsabnahmen ist gleich dem Wassergehalt. Der  
Wassergehalt wird in Gewichtsprozent, bezogen auf trockene  
Masse angegeben.

Andere genauere Methoden siehe "Ergänzungen und Berichtigungen  
zum Gaskursus", Gasinstitut Karlsruhe 1936 Seite 46/47.

b) ausgebrauchte Masse.

Hierbei werden 20,0 g einer guten Durchschnittsprobe unter 1  
mm gemörsert, mindestens 5 Stunden bei 70°C getrocknet und der  
Gewichtsverlust als Wassergehalt angegeben.

Beispiel:

Schale mit Luxmasse:	32,44 g
Schale leer:	12,45 g
feuchte Masse:	20,00 g
Nach dem Trocknen trockene Masse	13,65 g
	<u>6,35 g Wasser</u>

Wassergehalt:

$$\frac{6,35 \times 100}{20,0} = 31,75 \% \text{ Wasser, bezogen auf feuchte Masse}$$

$$\frac{6,35 \times 100}{13,65} = 46,40 \% \text{ bezogen auf trockene Masse}$$

*In der ausgebrauchten Gaseinreinigungsmasse  
der Sulfid- Gehalt bestimmt werden*

Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration  
in frischer Grobreinigungsmasse.

50 g der lufttrockenen Masse werden mit 100 ccm Wasser aufgeschlemmt, die Suspension wird aufgeköcht, filtriert und die Wasserstoffionenkonzentration des Filtrates potentiometrisch oder kalorimetrisch bestimmt.

Bestimmung des Schwefelgehaltes ausgebrauchter Grob-  
reinigungsmasse.

Zur Bestimmung des Schwefelgehaltes in ausgebrauchter Grobreinigungsmasse extrahiert man eine abgewogene Menge der zu untersuchenden Masse in einem normalen Soxhletapparat mit Schwefelkohlenstoff. Die Bestimmung des Schwefelgehaltes kann nach restloser Extraktion entweder durch Gewichtsverlust der Masse oder durch Abdestillieren des Schwefelkohlenstoffs und Wägen des zurückbleibenden Schwefels erfolgen.

Ausführung: Man wägt 20 - 30 g der ausgebrauchten Masse in eine Soxhlethülse ein und versieht die gefüllte Hülse zur Vermeidung des Überschwemmens mit einem Filterhütchen, das in der Mitte mit einem kleinen Loch versehen ist. Nach dem Einbringen in einen Extraktionsapparat und Zugabe von 200 ccm Schwefelkohlenstoff schaltet man die elektrische Heizung ein. Nach etwa 5 Stunden ist die Entschwefelung beendet. Man nimmt das vorher gewogene Kölbchen ab, destilliert den Schwefelkohlenstoff ab und trocknet noch kurze Zeit im Trockenschrank bei 50°C. Hierauf wägt man den Kolben und ermittelt den Schwefelgehalt. Zur Kontrolle trocknet man zunächst im Vakuum und dann im Trockenschrank die Hülse mit der extrahierten Masse.

Es muss darauf geachtet werden, dass die Masse vorher bei 70° im Trockenschrank getrocknet und frischdestillierter CS<sub>2</sub> angewandt wird.

Beispiel: ausgebrauchte Luxmasse (Durchschnittsprobe)

Einwaage:	Hülse mit Masse:	34,55 g
	Hülse leer:	10,10 g
	angewandte Masse:	24,45 g

Auswaage nach Extraktion:

	Hülse mit Masse:	27,35 g
	Hülse leer:	10,10 g
	S-freie Masse:	17,25 g

Extraktionskölbchen:

	vorher leer:	76,11 g
	nachher mit S:	83,48 g
	Schwefel:	7,37 g

Schwefelgehalt:

$$\frac{7,37 \times 100}{(24,45 - 7,37)} = 43,0\% \text{ S bezogen auf S-freie Masse}$$

$$\frac{7,37}{24,45} \times 100 = \underline{\underline{30,1\% \text{ S bezogen auf geschwefelte Masse.}}}$$

Anforderung an Gasreinigungsmassen.

Zusammenfassend ergibt sich für die chemische Beurteilung einer Gasreinigungsmasse oder von Gemischen solcher Massen bei der Steinkohlengasentschwefelung folgendes:

- 1.) Die Masse soll in feuchten Originalzustand eine bröckelige nichtsandige Masse darstellen, die nach Zusammenpressen bei geringem Druck wieder zu Krümmeln zerfällt, nicht dagegen eine dichte schmierige Masse bildet. Im Originalzustand soll die Masse nur wenig Knollen aufweisen, die leicht zerstückbar sind.
- 2.) In ihrer Struktur bei mikroskopischer Beobachtung soll die Masse eine ausserordentlich feine Verteilung aufweisen.
- 3.) Verunreinigung der Masse einerseits durch anorganische körnige Stoffe sowie andererseits durch Wurzelfasern oder Sägespäne, soweit deren Anteil sich in massigen Grenzen hält, sind nicht schädlich sondern erwünscht, wenn sie zu einer Auflockerung der Masse führen.
- 4.) Das Schüttgewicht der feuchten Masse soll bei loser Schüttung  $0,8 \text{ kg/dm}^3$  nicht überschreiten, damit die Masse bei der Ausscheidung des Schwefels während des Betriebes in nicht zu starken Masse wächst und sich verdichtet.
- 5.) Die Masse soll bei Einsetzen in den Reiniger praktisch frei von Huminsäuren oder deren Salzen sein und eine Wasserstoff-Ionenkonzentration von  $\text{pH} = 7$  besitzen. Ein Gehalt an Huminsäuren oder Humaten von 1 % führt zu einer Versäuerung der Masse, wodurch sich die Reaktionsgeschwindigkeit und das Gesantaufnahmevermögen für Schwefelwasserstoff vermindern. Ferner besteht in diesem Fall die Möglichkeit einer erneuten Abspaltung von Schwefelwasserstoff durch die Tätigkeit von Schwefelbakterien.
- 6.) Der Anteil des wirksamen Eisenoxydhydrats vom Gesamtgehalt an Eisenoxyd soll mehr als 70 % betragen, der Anteil des letzteren in der Masse mehr als 50 % der lufttrockenen Substanz.
- 7.) Neben einer genügenden Gesantaufnahmefähigkeit für Schwefelwasserstoff (25 g S/100 g lufttrockene Substanz bei einmaliger Sättigung) soll die Masse im allgemeinen eine genügend hohe Reaktionsgeschwindigkeit für Schwefelwasserstoff aufweisen.