

BAG No. 1

30/4.13

V. GASIFICATION

2. Sulfur Determination

Labor.Bericht Nr. **1435**

vom 27. Mai 1936.

Dr. Fr. Grassner:

Apparate zur Bestimmung des Gesamtschwefels in
Gasen und des flüchtigen Schwefels in Kohlen.

den 27. Mai 1936.

Apparate zur Bestimmung des Gesamtschwefels in Gasen
und des flüchtigen Schwefels in Kohlen. 1)

A. Gesamtschwefel in Gasen.

1) In einer früheren Abhandlung²⁾ wurde von uns eine Methode zur Bestimmung des Gesamtschwefels in Gasen beschrieben, nach der das zu untersuchende Gas in einer aus dem Pregl'schen Perlenrohr entwickelten Apparatur mit Sauerstoff an Platin verbrannt und die entstandene Schwefelsäure titrimetrisch oder mikrogravimetrisch als Bariumsulfat bestimmt wird. Die Apparatur, die sich für die Verbrennung von Gasen, die keine oder nur wenig Kohlenstoffverbindungen enthalten, bewährt hat, ist weniger brauchbar, wenn die Gase sehr viel Kohlenstoffverbindungen enthalten, z.B. Braunkohlengas, Propangas u. dergl.; die Verbrennungsgeschwindigkeit muss dann so klein gewählt werden, dass höchstens etwa 10 Liter Gas/Stunde verbrannt werden können, was bei geringem Schwefel-Gehalt der Gase dann zu recht langer Verbrennungsdauer führt. Demgegenüber bietet die im folgenden beschriebene neue Apparatur die Möglichkeit, auch sehr kohlenstoffreiche Gase rasch zu verbrennen und trotzdem die Absorption der entstandenen Schwefeloxyde quantitativ zu gestalten. Bei der Neukonstruktion wurde die lichte Weite des Verbrennungsrohres von 8 auf 14 mm vergrößert; an Stelle des Absorptionsteiles des Pregl'schen Perlenrohres wurde eine inten-

1) Lab. Tgb. Dr. Grassner Nr. 9, S. 131 ff.

2) Mikrochemie VL, 121 (1928).

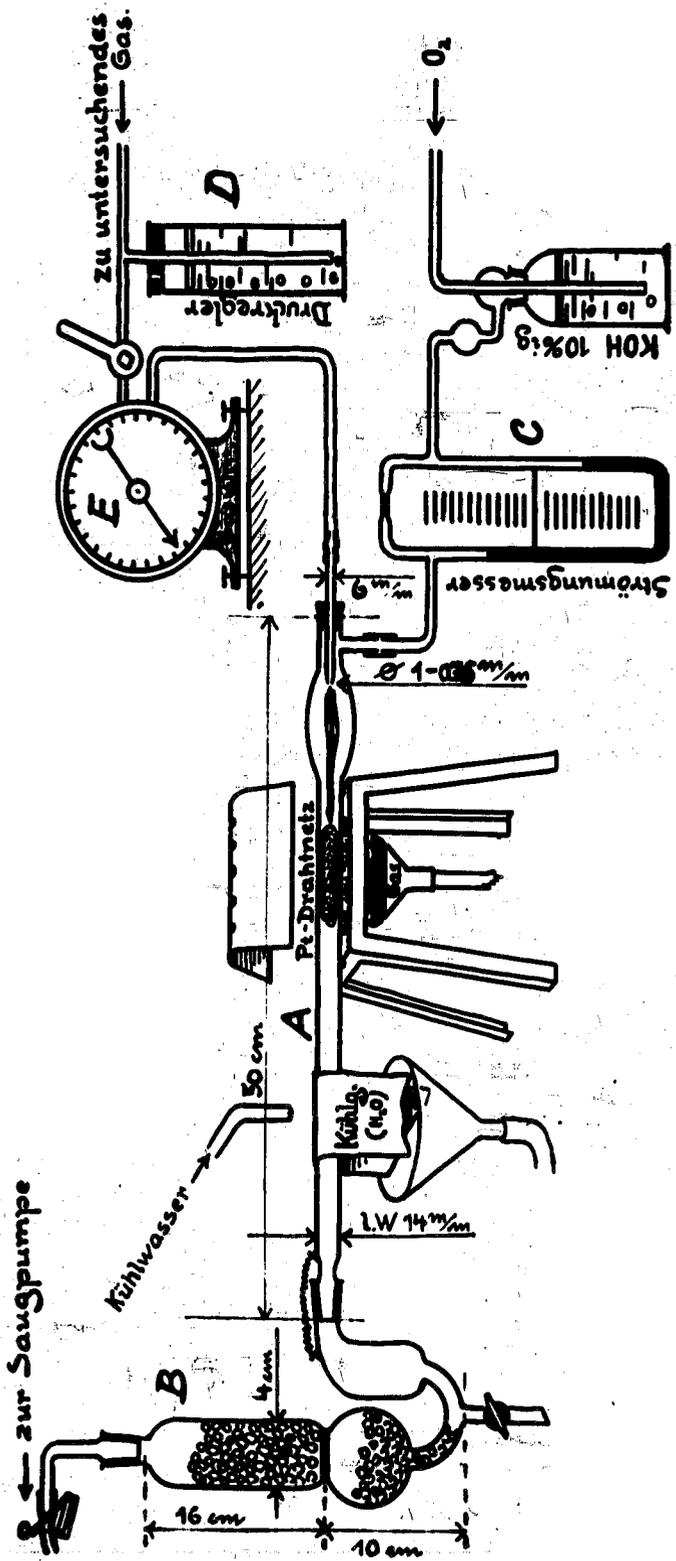
siver wirkende Absorptionsvorlage mit Glasfritteneinsatz, wie sie von Grote u. Krekeler¹⁾ beschrieben worden ist, ^{eingefügt.} Mit dieser Apparatur lässt sich nun z.B. Leuchtgas mit etwa 50 Liter, Propan mit etwa 25 Liter, Butan mit etwa 20 Liter/Stunde Strömungsgeschwindigkeit verbrennen. (Zeichnung Seite 3).

2. Die Apparatur besteht aus dem Bergkristallrohr A, das mit einem ca. 8 cm langen, gerollten Platinnetz beschickt und an einem Ende mit Normalschliff versehen ist, und der Absorptionsvorlage B; die Grössenmasse gehen aus der Zeichnung hervor. Die Vorlage²⁾ ist mit einer Glasfrittenplatte G 3 versehen und mittels Normalschliff an das Bergkristallrohr angeschlossen. In das Bergkristallrohr tritt über einen Gasstrommesser durch einen seitlichen Stutzen Bombensauerstoff ein; das zu untersuchende Gas strömt über einen Druckregler D und eine Gasuhr E ein und brennt aus einer verschiebbaren Vitreosilkapillare (ca. 0,75 bis 1 mm lichte Weite) in Sauerstoff ab. Zur Ausgleichung des Ueberdrucks wird die Absorptionsvorlage an eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen.

3. Die Inbetriebsetzung der Apparatur erfolgt in folgender Weise: Die Glasperlen der Vorlage B werden über und unter der Filterplatte mit je etwa 20 ccm 3%iger Perhydrollösung benetzt und die Vorlage an das Bergkristallrohr angeschlossen. Nachdem die Saugpumpe angestellt worden ist, wird das Platinnetz durch einen Bunsenbrenner zum Glühen gebracht und der Sauerstoffstrom eingeschaltet. Die Menge des Sauerstoffs ergibt sich aus der Art des zu verbrennenden Gases; z.B. benötigen 21,7 Liter Butan 146 Liter Sauerstoff. Man würde also in diesem Falle mit etwa 160 Liter Sauerstoff pro Stunde das Gas verbrennen. Auf alle Fälle ist darauf

1) Ztschr.f. angew. Chem. 46, 106 (1933);

2) Hergestellt von Fa. Schott u. Gen., Jena (D.R.P.).



Apparatur zur Bestg. des Gesamt-Schwefels in Gasen.

zu achten, dass im Verbrennungsrohr stets leichter Unterdruck herrscht, da sonst die Gasflamme erlöscht. Nach Durchspülen der Gasuhr mit dem zu untersuchenden Gas wird das aus der herausgenommenen Kapillare heraustretende Gas entzündet und das Flämmchen auf etwa 2 bis 3 cm Länge eingestellt. Man schiebt nun die Kapillare in das Bergkristallrohr ein; das Gas muss mit ruhiger, wagrechter Flamme abbrennen. Saugluft, Sauerstoff und Gas werden entsprechend einreguliert und während der Verbrennung, sofern nötig, entsprechend nachreguliert. Das bei der Verbrennung entstehende Verbrennungswasser sammelt sich allmählich in der Vorlage an und wird eventuell von Zeit zu Zeit nach kurzem Abstellen der Apparatur aus der Vorlage durch Druckluft ausgeblasen.

Nach Beendigung der Verbrennung wird der Gasstrom, dann die Saugluft und schliesslich der Sauerstoffstrom abgestellt; die Vorlage wird abgenommen und von oben mit destilliertem Wasser ausgespült (Druckluft). Das Bergkristallrohr wird ebenfalls ausgespült; die vereinigten Waschwässer werden auf der elektrischen Heizplatte auf etwa 20 ccm eingeengt und in der filtrierten Lösung (möglichst kleines Volumen) die Schwefelsäure als Bariumsulfat gefällt. Die Aufarbeitung des Bariumsulfats erfolgt mikroanalytisch in bekannter Weise. Einige Untersuchungsergebnisse siehe nächste Seite.

4. Einige Untersuchungsergebnisse:

a) Leuchtgas Op.94: ca.20 bis 25 Liter Gas pro Stunde
(" 40 " 50 " Sauerstoff "

14.10.35:	60,0	Ltr.Gas	=	230,5	mg S/cbm	Gas
15.10.35:	55,0	" "	=	224,0	" " "	"
16.10.35:	55,0	" "	=	208,0	" " "	"
17.10.35:	55,0	" "	=	241,8	" " "	"
17.10.35:	75,0	" "	=	254,0	" " "	"
18.10.35:	60,0	" "	=	245,1	" " "	"
18.10.35:	50,0	" "	=	259,8	" " "	"

b) Wasserstoff aus Stahlflasche: ca.45 bis 50 Ltr.Wasserstoff/Std.
(" 50 " 60 " Sauerstoff ")

25.10.35:	300	Ltr.H ₂	=	0,36	mg S/cbm	(abzügl.Blindvers.für
31.10.35:	210	" "	=	0,30	" " "	Sauerstoff)

c) Sauerstoff aus Bombe:

400	Liter	über	Platin	verbrannt	=	0,24	mg S/cbm
345,7	"	"	"	"	=	0,21	" " "

d) Propangas aus Stahlflasche: 20 bis 25 Ltr.Gas/Std
(140 " 150 " Sauerstoff/Std.)

18.11.35:	122,6	Ltr.Gas	=	5,50	mg S/cbm
19.11.35:	115,0	" "	=	4,65	" " "
21.11.35:	146,0	" "	=	4,20	" " "
22.11.35:	100,0	" "	=	4,67	" " "

e) Butangas aus Stahlflasche: 15 Ltr.Gas/Stunde
(160 bis 180 Ltr.Sauerstoff/Std.)

Flasche I,	28.11.35:	90	Ltr.Gas	=	2,38	mg S/cbm
	2.12.35:	85	" "	=	2,74	" " "
	6.12.35:	126,4	" "	=	2,44	" " "
" II,	16.12.35:	107	" "	=	1,24	" " "
	18.12.35:	111	" "	=	1,00	" " "
	19.12.35:	127	" "	=	1,39	" " "
	20.12.35:	110	" "	=	1,49	" " "

f) Gase in der Gasfabrik Oppau.

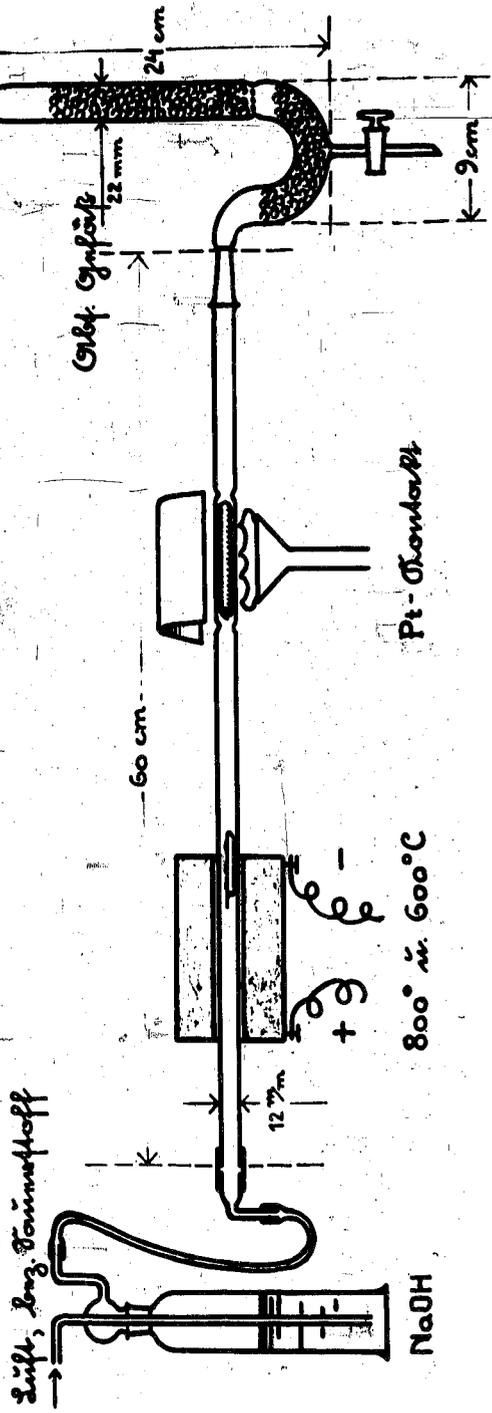
Gas	Datum	Liter	Zeit	Gesamt-S g/cbm red.	Organ.S +) g/cbm red.
Wassergas	25.2.36	20	90'	2,47	--
"	26.2.36	21	60'	2,99	--
"	27.2.36	27,5	80'	--	0,224
"	8.3.36	29,0	85'	--	0,148
Koksgas	26.2.36	21,0	90'	0,970	--
"	27.2.36	24,0	82'	1,200	--
"	28.2.36	22,0	100'	--	0,232
"	4.3.36	25,0	110'	--	0,250
Braunkoh- lengas	25.2.36	23,0	93'	0,920	--
"	26.2.36	20,0	95'	0,610	--
"	28.2.36	20,5	120'	--	0,145
"	4.3.36	46,0	125'	--	0,140
Kraftgas	25.2.36	20,0	140'	1,08	--
"	27.2.36	22,5	110'	1,26	--
"	27.2.36	20,0	80'	--	0,220
"	9.3.36	27,0	90'	--	0,119

+) nach H_2S -Entfernung durch Cadmiumacetat.

B. Bestimmung des flüchtigen Schwefels in Kohlen.

Zur Bestimmung des flüchtigen Schwefels in festen Brennstoffen (Steinkohle, Braunkohle, Briketts) wurde von uns bisher das Pregl'sche Perlenrohr in der Originalausführung von Pregl benutzt; neuerdings wurde der Absorptionsteil des Röhrchens durch eine Absorptionsvorrichtung mit Glasfritteneinsatz ersetzt. Die Anordnung geht aus der Zeichnung (Seite 7) hervor. Die Vorlage wird mit 15 ccm einer 3 %igen Perhydrollösung beschickt; es werden ca. 100 mg der Kohle im langsamen Luft- bzw. Sauerstoffstrom verbrannt. (Temperatur des elektrischen Ofchens bei Braunkohle 600° , bei Steinkohle 900°). Nach dem Ausspülen der Absorptionsvorlage und des Verbrennungsröhrchens wird die entstandene Schwefelsäure als Bariumsulfat mikroanalytisch bestimmt.

Experiment 3: Synthesis of liquid cyanide in a flow



Z u s a m m e n f a s s u n g .

Die von Oppau angegebene Mikroapparatur (Mikrochemie VI, 121, 1928), in der die Bestimmung des Schwefels in Gasen durch Verbrennen dieser an Platin im Sauerstoffstrom erfolgt, lässt sich sehr zweckmässig mit der Absorptionsapparatur von Grote u. Krekeler (Ztschr. f. angew. Chem. 46, 106, 1933) kombinieren; der Vorteil dieser kombinierten Apparatur liegt in der Möglichkeit, auch sehr kohlenstoffreiche Gase rasch verbrennen und trotzdem die Absorption des entstandenen Schwefeldioxyds bzw. -trioxyds quantitativ gestalten zu können.

Die Ergebnisse von Schwefelbestimmungen nach dieser Methode in einer Reihe von Gasen (Leuchtgas, Wasserstoff, Sauerstoff, Propan, Butan, Wassergas, Koksgas, Braunkohlengas und Kraftgas) werden mitgeteilt.

Auch eine Apparatur zur Bestimmung des flüchtigen Schwefels in festen Brennstoffen wird beschrieben.

Garnus

Analytisches Laboratorium Oppau, 27. Mai 1936.

Mixan