

Bag 3041

210000404

Target No 30/4.02/21

Luna

(J. G. Furber)

GAS PURIF.

**Vertraulich**

2\*0000405 502

Wenzel.

Auswaschung von Schwefelwasserstoff mit Ammonbisulfitlauge.

210000406

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

## **Berichte**

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschuß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebs-eigene Berichte handelt.  
Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

**Haupt-Berichte-Sammlung**  
Referate-Büro Tel. 9461.

Bericht

betr.

Auswaschung von Schwefelwasserstoff  
mit Ammonibisulfitlauge.

24.10.36.Dr. Wenzel.**Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.**

Haupt-Berichte-Sammlung

Referate-Büro

**Bericht**

Nr. 502

**Labor-Mitteilg. Nr.**

0

von:

Dr. Wenzel

**Gruppe**

T.G.

vom

24.10.1936

- 1 Expl. Direktion,
- 1 Expl. Herrn Dr. v. Staden,
- 1 Expl. Herrn D.I. Steinle,
- 1 Expl. Herrn Dr. Sähr,
- 1 Expl. Herrn C.I. Sabel,
- 1 Expl. Herrn Dr. Brans,
- 1 Expl. Herrn Dr. Wenzel,
- 3 Expl. Berichtesammlung Me 24,
- 2 Expl. Reserve.

12 Exemplare.

Dr. We./E.

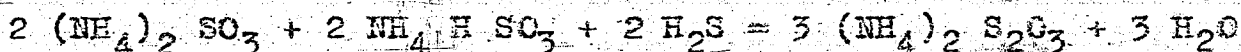
Leuna Werke, den 24. Oktober 1936.

3041 - 30/4.02 - 21

Berichtbetr.Auswaschung von Schwefelwasserstoff  
mit Ammonbisulfitlauge.

Die hier beschriebenen Versuche wurden auf Veranlassung von Herrn Dr. B ä h r ausgeführt. Sie stehen im Zusammenhang mit der Anlage der N i p p o n T a r in Japan, wo Schwefelwasserstoff aus Winkler-Mull-Wassergas möglichst quantitativ zu entfernen ist. Die erforderliche Menge Sulfit-Bisulfitlauge wird dort durch Auswaschen von Röstgasen mit Ammoniak erzeugt. Das Verhältnis von  $\text{SO}_2$  und auszuwaschendem  $\text{H}_2\text{S}$  wurde von Herrn Dr. Bähr mit Rücksicht auf die Verhältnisse bei Nippon Tar angegeben (vergl. Tabelle).

Nach der Gleichung :



Kommen auf 2  $\text{H}_2\text{S}$  mindestens 6  $\text{NH}_3$  + 4  $\text{SO}_2$ . Die Auswaschung soll bei einer Laugedichte von 1,25 - 1,30 vorgenommen werden.

Es waren folgende Fragen zu lösen :

- 1). Welche Aufenthaltsdauer des  $\text{H}_2\text{S}$ -haltigen Gases wird benötigt.
  - 2). Welches ist die zu erzielende Endreinigung.
  - 3). Benötigte Laugemenge.
  - 4). Apparative Erfahrungen.
- a). Apparatur.

Die Apparatur war ein Abbild des im großen anzuwendenden Verfahrens. Sie geht aus der Skizze 1 hervor.

Das Röstgas, in ungerem Falle durch ein Gemisch von  $\text{N}_2$  +  $\text{SO}_2$  dargestellt, geht mit einem Gehalt von etwa 11 Vol %  $\text{SO}_2/\text{m}^3$  durch einen mit 8 mm Raschigringen beschickten Waschturm von 2,5 Litern

Waschraum. Der Waschturm wird mit der im Kreislauf bewegten Ammon-sulfit-Bisulfitlauge berieselt. Das von  $\text{SO}_2$  befreite Gas entweicht über eine Kontroll-Gasuhr. Das  $\text{H}_2\text{S}$ -haltige Winkler-Null-Wassergas wird in einem 2,47 Liter fassenden Waschraum gewaschen (für einige Versuche wurde der Waschraum geändert; die entsprechenden Zahlen sind bei den Versuchen vermerkt). Beide Waschtürme waren mit den in unserem Laboratorium entwickelten Präzisionsbrausen ausgerüstet, so daß eine gute Benetzung gewährleistet war.

Die im Kreislauf befindliche Lauge machte zwei Wege.

1). Die Hauptmenge von 15,5 Ltr. ging über eine Meßvorrichtung zur Berieselung des  $\text{SO}_2$ -Turmes, von dort durch eine Tauchung und eine Pufferflasche zur Pumpe, die sie wieder in den Kreislauf zurückbrachte. In das Tauchgefäß unterhalb des Turmes wurde die erforderliche Menge  $\text{NH}_3$  eingeleitet. Dem Vorratsgefäß vor der Pumpe wurde kontinuierlich so viel Lauge abgezogen, als der Salzbildung in den Türmen entsprach. Zur Aufrechterhaltung der Flüssigkeitsmenge im Kreislauf wurde eine entsprechende Menge destilliertes Wasser nachgefüllt. Auf diese Weise wurde etwa der gleiche Gehalt an Salz und die gleiche Flüssigkeitsmenge gewährleistet.

2). Der zweite Kreislauf zweigte hinter der Pumpe vom ersten Kreislauf ab und ging über eine Anheizvorrichtung zu dem  $\text{H}_2\text{S}$ -Waschturm. Die von diesem Turm ablaufende Lauge lief kontinuierlich dem  $\text{SO}_2$ -Turm zu und mischte sich dort mit dem Hauptkreislauf.

#### b). Ergebnisse.

Die Ergebnisse der Versuche sind in den Tabellen 1 - 3 zusammengestellt. Sie bringen zuerst die Analyse der Lösung. Der leichten Übersicht halber wurde die Zusammensetzung der Lösung einfach durch eine Formel gekennzeichnet.  $(\text{NH}_4)_{1,5} \text{SO}_3$  entspricht

damit den theoretischen Ammonsulfit-Bisulfitgemisch, während die kleineren Zahlen einen stärkeren Gehalt an Bisulfit angeben. Die Tabellen enthalten ferner die bei der  $H_2S$ -Auswaschung eingehaltenen Bedingungen und zum Schluß das Ergebnis der  $H_2S$ -Auswaschung; außerdem ist in den Tabellen die Größe des Waschraumes ersichtlich. Besondere Abänderungen des Verfahrens und dergleichen, sind soweit erforderlich, in den Skizzen 2 - 5 festgehalten.

Als Erstes sei festgestellt, daß  $SO_2$  vollkommen quantitativ bis auf die letzten Spuren ausgewaschen wird. Während der ganzen Dauer des Versuches wurde mit Kaliumjodatstärke nicht ein einziges Mal eine Spur  $SO_2$  im gereinigten Röstgas festgestellt.

Die Schwefelwasserstoff-Auswaschung ist in den charakteristischen Ergebnissen noch einmal in der folgenden Übersicht zusammengestellt :

Nr.	Formel und Dichte der Lösung	Aufent- halts- dauer	Verhältnis Lösung : Gas	gewaschen	
				von g S	auf g S
2	$(NH_4)_{1,25} SO_3$	1,250/41°C	29,5 Sek.	1 : 227	12,0 0,000
6	ds.	1,240/50°C	38 Sek.	1 : 185	11,9 0,000
7	$(NH_4)_{1,44} SO_3$	1,238/49°C	35 Sek.	1 : 202	12,3 0,003

### c). Apparative Erfahrungen.

Nachdem wir tagelang das Winkler-Null-Wassergas auf unter 1 mg gereinigt hatten, trat plötzlich eine erhebliche Verschlechterung der Auswaschung ein, ohne daß der Grund hierfür ersichtlich war. Von den zahllosen Vermutungen, die daraufhin näher geprüft wurden, bewahrheitete sich keine. Die Erscheinung klärte sich dann durch eine verschlechterte Berieselung auf. (Durch Wiederherstellung der alten guten Berieselung (Verdüsung der Waschflüssigkeit im

oberen Schuß) war die gute Reinigung wieder zu erzielen.

Auf die wichtigsten Faktoren der Auswaschung wird in folgenden Punkten hingewiesen:

1) Die weitaus wichtigste Voraussetzung für eine gute Auswaschung

ist die gleichmäßige Verteilung der Lauge auf den Füllkörpern.

Sie ist durch eine sehr gute sich drehende Brause oder durch

Verdünnung vorzunehmen möglich. Außerdem ist es nach unseren Er-

fahrungen bedeutend günstiger, kleine Ringe in geringer Höhe,

als große Ringe in einer Schicht anzuwenden.

2) Die Auswaschung scheint ferner besser zu werden, je näher sich

die Lauge dem Innenboden mit nähert. So ist zum Beispiel mit

einer Lauge der Formel  $\text{NH}_4\text{OH} : 25 \text{ SO}_2$  die Auswaschung bedeutend

besser als mit  $\text{NH}_4\text{OH} : 100 \text{ SO}_2$ .

Die Anverwendung von Thio-sulfat verschlechtert die  $\text{H}_2\text{S}$ -Auswa-

schung, wie in mehreren Versuchen festgestellt wurde.

3) Die Nach-

Die Nachbehandlung des Gases erfolgt in gewissen Grenzen ohne

merklichen Einfluß. So scheint die Auswaschung zwischen

20 und 30°C am günstigsten sein, da jedoch die Benetzung bei

25°C besser ist und wenn dies auch in unseren Kleinversuch

wegen der sonstigen Bedingungen nicht nachzuweisen war, im

Großversuch nachweislich nachweislich besser sein.

4) Die

Die Versuche wurden im Niederdruck-Versuchslaboratorium

ausgeführt. Es sei auf andere Arbeiten unter

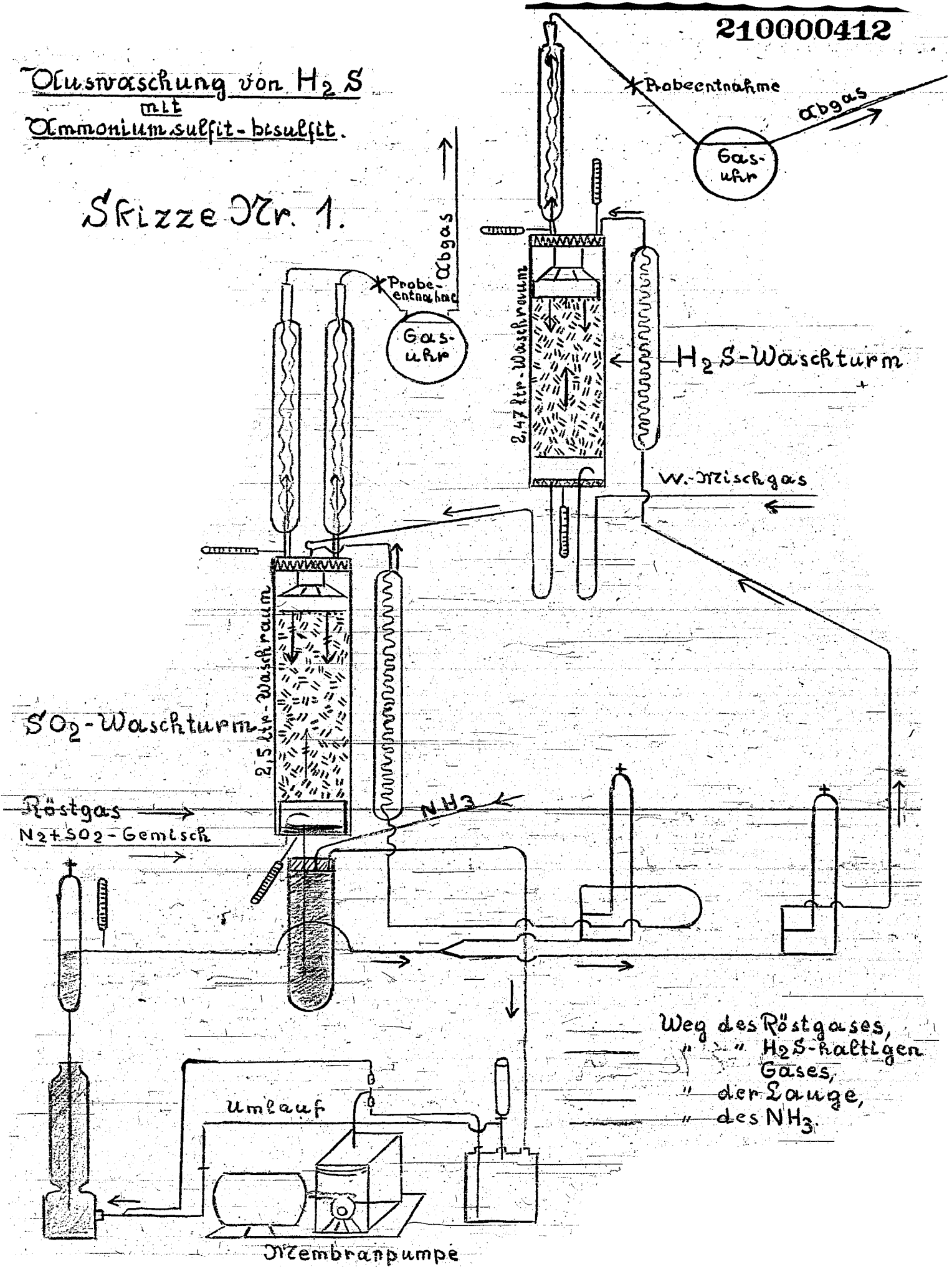
dem Titel



210000412

Oluswaschung von  $H_2S$   
mit  
Ammoniumsulfit-bisulfit.

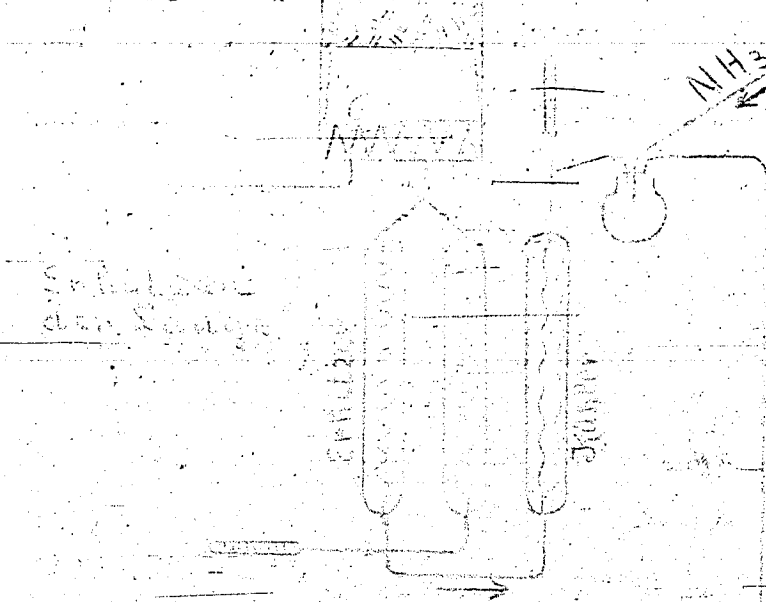
Skizze Nr. 1.



SO<sub>2</sub>-

Wasserturn

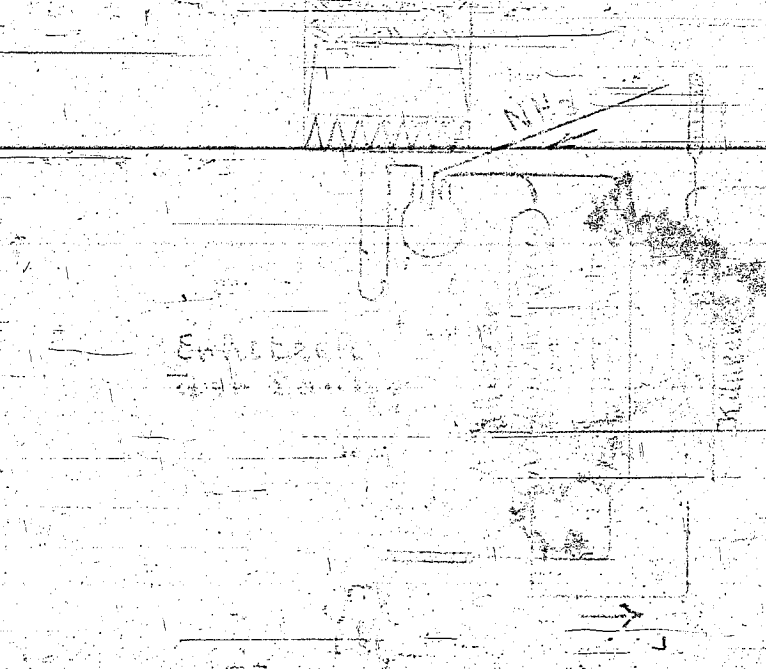
210000413



Skizze Nr. 2.

SO<sub>2</sub>

Wasserturn



Skizze Nr. 3.

240



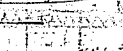
H<sub>2</sub>O-Waschleuchte

38 cm



Sitzleuchte

27 cm



Sitzleuchte = 140 mm  
Wasserschale 100 mm

H<sub>2</sub>O-Waschleuchte

33 cm

33 cm

Sitzleuchte = 80 mm  
Wasserschale 3,2 ltr

Tabelle 1

Maschversuche mit Ammonsulfatlauge.

Versuch Nr.	Datum	Ver- suchs- dauer Std.	SO <sub>2</sub> -Turm			Verhältnisse			SO <sub>2</sub> -Waschung			Lösungen			A n n e h m e			H <sub>2</sub> Saturm			Lösungsumlauf			H <sub>2</sub> S-Waschung			Waschräume			Bemerkungen.
			SO <sub>2</sub> -N <sub>2</sub> -Gemisch SO <sub>2</sub> N <sub>2</sub> l/h-1/h	Temp. Ausg. °C	Lösung l/h	Temp. Eing. °C	Waschraum zu Gas	Lösung zu Gas	NH <sub>3</sub>	SO <sub>2</sub> Reingas Vol%	Formel	Dichte bei °C	SO <sub>2</sub> S g/l	NH <sub>3</sub> S g/l	S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> S g/l	SO <sub>4</sub> S g/l	H <sub>2</sub> S S g/l	Temp. Ausg. °C	Wasser- durch- satz l/h	Wasser- zu Lösung	Lösung zu Gas	Temp. Eing. °C	Temp. Ausg. °C	l/h	Rein H <sub>2</sub> S E/m <sup>3</sup>	Roh H <sub>2</sub> S E/m <sup>3</sup>	SO <sub>2</sub> - Turm Inhalt l	H <sub>2</sub> S- Turm Inhalt l		
1	9-5	3	100	667-37	15,5	51	49	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	1,236/48	159,2	125,8	7,5	2,4	-	187	45	1 : 59	1 : 85	2,2	62	51	17,2	0,223	2,47	1,08
2	9-11-5	6	100	689-36	15,5	50	48	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	1,237/48	157,0	121,6	8,0	3,5	-	194	33	1 : 60	1 : 88	2,2	40	27	14,8	0,025		
3	11-5	4	100	658-36	15,5	50	47	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	1,236/48						192	25	1 : 60	1 : 87	2,2	20	22	12,6	0,023		
4	25-5	3	100	755-34	15,5	50	42	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	1,231/40	154,2	150,9	6,7	3,9	-	185	28	1 : 58	1 : 50	3,7	-	29	10,3	0,000	2,47	3,2
5	26-5	4	100	740-34	15,5	50	40	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	1,231/37	154,8	122,4	5,4	3,0	-	247	28	1 : 72	1 : 67	3,7	-	26	8,9	0,000		
6	25-5-1	1 1/2	100	735-35	15,5	50	40	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000		1,215/38						278	28	1 : 87	1 : 75	3,7	-	30	8,5	0,000		
7	25-5	2	100	756-35	15,5	50	45	1 : 344	1 : 55	150	11,8	0,000		1,228/41						393	28	1 : 123	1 : 106	3,7	-	31	7,8	0,000		

Tabelle 2

Waschversuche mit Ammonsulfatlauge

1 16 Versuche mit Winkler-Null-Wassergas

17 20 Versuche mit Winkler-Kraftgas

Ver- such Nr.	Datum	Lösung	Analysen					Verhältnisse bei der H <sub>2</sub> S-Waschung					H <sub>2</sub> S-Waschung als		Bemerkungen	
			Formel	Dichte bei 00	SO <sub>2</sub> g/l	NH <sub>3</sub> g/l	S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> g/l	SO <sub>4</sub> g/l	H <sub>2</sub> S g/l	Waschraum zu Gas	Aufenthaltsdauer	Lösung zu Gas	Temp. Eing. OC	Temp. Ausg. OC		S. Rohgas g/m <sup>3</sup>
1	14.4.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,246/40	-	-	-	-	-	1 : 196	18,4	1 : 446	42	25	12,8	0,111	2,5 Ltr. Inhalt des Waschturmes, 90 mm Ø. Skizze I.
2	14.4.	dto.	1,250/41	-	-	-	-	-	1 : 122	29,5	1 : 227	44	28	12,6	0,000	
3	15.4.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,256/48	-	-	-	-	-	1 : 123	29	1 : 280	43	26	7,4	0,001	
4	20.4.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,242/50	162,2	133,3	16,2	5,3	0,0	1 : 94	38	1 : 215	40	27	14,1	0,019	
5	30.4.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,235/49	156,7	128,9	8,3	2,7	0,0	1 : 75	50	1 : 145	40	31	14,8	0,002	1,08 Ltr. Waschraum 50 mm Ø. Skizze IV.
6			1,240/50	-	-	-	-	-	1 : 95	58	1 : 125	40	25	11,9	0,000	
7		(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,238/49	162,2	131,2	4,8	2,8	0,0	1 : 103	55	1 : 202	40	24	12,3	0,003	
8	4.5.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,233/49	152,1	132,2	4,8	1,8	0,0	1 : 95	58	1 : 94	40	25	15,9	0,015	
9	7.5.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,233/48	154,5	125,8	5,1	3,9	0,0	1 : 60	60	1 : 59	40	29	13,4	0,004	
10	8.5.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,236/48	150,7	130,6	6,4	3,0	0,0	1 : 60	60	1 : 175	40	25	16,8	0,281	3,2 Ltr. Waschraum 90 mm Ø. Skizze V
11	11.5.	dto.	1,237/48	137,0	121,6	8,0	3,5	0,0	1 : 60	60	1 : 88	40	27	14,8	0,025	
12	13.5.	dto.	1,241/44	144,0	126,5	6,4	3,2	0,0	1 : 52	70	1 : 50	40	26	12,8	0,006	
13		dto.	1,241/47	-	-	-	-	-	1 : 46	80	1 : 44	40	27	10,0	0,001	
14	27.5.		1,226/42	-	-	-	-	-	1 : 139	26	1 : 120	-	29	8,5	0,000	Oberster Schuß mit Al-Spiralen gefüllt. Für obere Brause 3/10mm Düse eingebaut.
15			1,239/40	-	-	-	-	-	1 : 176	20	1 : 152	-	30	8,6	0,026	
16	30.5.		1,235/40	-	-	-	-	-	1 : 66	55	1 : 50	-	29	14,9	1,690	Oberster Schuß ohne Füllung mit Düse.
Winkler-Null-Wassergasanalyse																
CO <sub>2</sub> 30,93% H <sub>2</sub> 39,04% CH <sub>4</sub> 1,47% N <sub>2</sub> 1,14% H <sub>2</sub> S 16,9% 10 g/m <sup>3</sup>																
17	10.5.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,202/20	65,0	104,4	47,0	13,2	0,0	1 : 88	41	1 : 78	-	26	16,9	1,070	Wie vor, obere Brause 3/10 mm Düse eingebaut
18	10.5.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,234/42	136,6	129,5	17,0	4,7	0,0	1 : 84	43	1 : 75	-	25	12,6	0,077	3,2 Ltr. Waschraum 90 mm Ø.
19	11.6.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,225/42	120,6	146,5	8,1	4,9	0,0	1 : 71	50	1 : 63	-	24	11,0	0,020	
20	12.6.	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,200/20	105,2	113,3	16,9	6,2	0,0	1 : 73	49	1 : 69	-	24	13,6	0,433	
Winkler-Kraftgasanalyse																
CO <sub>2</sub> 12,74% H <sub>2</sub> 12,32% CH <sub>4</sub> 0,68% N <sub>2</sub> 55,63% H <sub>2</sub> S 12,57%																

Ergebnisse der Versuchsreihe mit Ammoniaklösung

Einfluss der Temperatur auf die Löslichkeit von Ammoniak in Wasser

Versuchs-Nr.	Datum	Lösung	Formel	SO <sub>2</sub>		NH <sub>3</sub>		Säure		Temperatur		Zeit	Verhältnis	Lösung	Wasser		Temperatur	Bemerkungen
				g/l	g/l	g/l	g/l	g/l	g/l	g/l	g/l				g/l	g/l		
1	1936			121.1	114.7	0.0	3.7	0.0	0.0	1:66	41	1:78	26	15.9	0.061		Ohne SO <sub>2</sub> -+NH <sub>3</sub> -Zufuhr	
2				120.0	114.2	0.0	4.0	0.0	0.0	1:68	41	1:78	26	14.2	0.308		Oberer Schuß mit Al-Spiralen gefüllt.	
3				107.8	113.5	15.4	6.0	0.0	0.0	1:68	41	1:78	26	15.0	0.700		Oberer Brause 5/10mm	
4				105.9	113.5	16.9	6.3	0.0	0.0	1:68	41	1:78	26	16.9	1.070		Büse eingebaut.	
5				101.4	111.5	20.8	7.1	0.0	0.0	1:68	41	1:78	24	17.0	1.802		3 2 Ltr. Waschraum, 90 mm Ø.	
6				121.1	114.7	0.0	3.7	0.0	0.0	1:88	41	1:78	24	14.8	2.485			
7				120.0	114.2	0.0	4.0	0.0	0.0	1:88	41	1:78	24	13.6	3.3			
8				107.8	113.5	15.4	6.0	0.0	0.0	1:88	41	1:78	24	12.9	4.3			
9				123.4	115.6	17.3	7.1	0.0	0.0	1:64	43	1:75	25	12.6	0.077		Mit SO <sub>2</sub> +NH <sub>3</sub> -Zufuhr	
10				123.4	115.6	17.3	7.1	0.0	0.0	1:71	50	1:63	24	11.0	0.020			
11				121.1	114.7	0.0	3.7	0.0	0.0									
12				120.0	114.2	0.0	4.0	0.0	0.0	1:73	49	1:69	24	12.3	0.012			
13				107.8	113.5	15.4	6.0	0.0	0.0	1:73	49	1:69	24	17.9	0.142			
14				105.9	113.5	16.9	6.3	0.0	0.0	1:73	49	1:69	24	13.5	0.243			
15				101.4	111.5	20.8	7.1	0.0	0.0	1:73	49	1:69	24	12.9	0.432			
16				96.0	113.9	23.3	7.3	0.0	0.0	1:72	49	1:69	24	13.2	0.556			
17				94.0	113.9	25.8	7.6	0.0	0.0	1:72	49	1:69	24	12.2	1.077			

Winkler-Krebstoff-Analyse

CO<sub>2</sub> 1.6, 1.5 %  
 N<sub>2</sub> 55.63 %  
 H<sub>2</sub>S 17  
 12.74 %  
 22.92 g/l 0.68 %  
 12 g/m<sup>3</sup>