

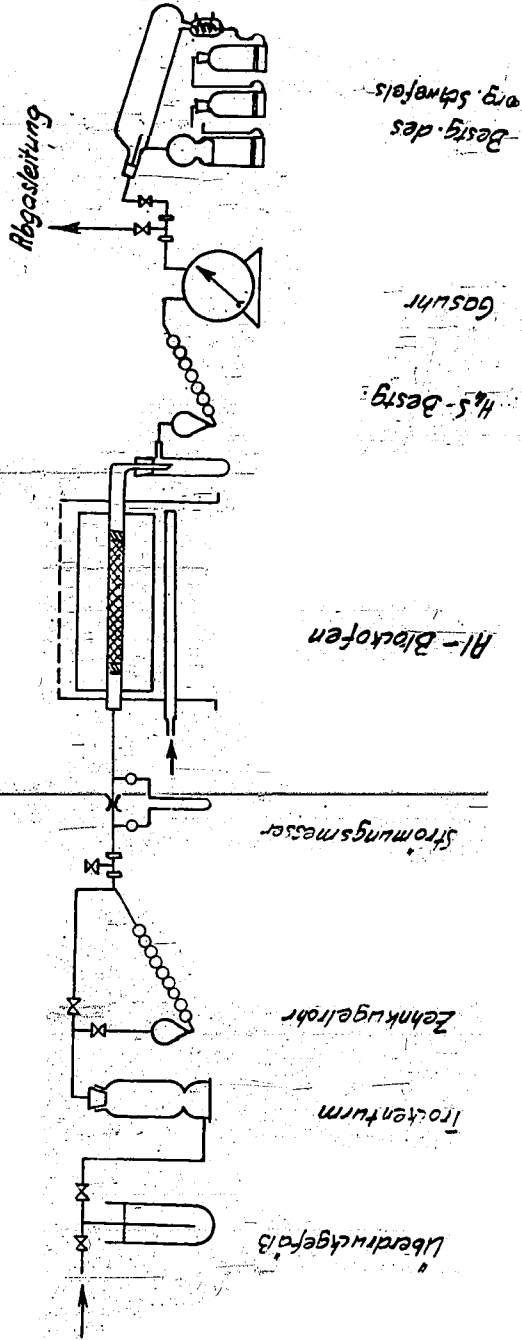
5. Untersuchung der Feinreinigungsmasse.

1. Aktivitätsprüfung
2. Bestimmung der Porosität
3. Bestimmung des Sulfidschwefels
4. Bestimmung des Gesamtschwefels
5. Bestimmung des Sodagehaltes
6. Bestimmung des Wassergehaltes
7. Bestimmung des Schüttgewichtes.

Aktivitätsprüfung frischer Feinreinigermasse.

Zur Prüfung der Aktivität (Reinigungswirkung) frischer Feinreinigermasse zerkleinert man eine gute Durchschnittsprobe der zu untersuchenden Masse auf eine Korngrösse von 3 - 5 mm, wägt 100 g dieser Probe ab und füllt in ein 1,40 m langes Supremaxrohr (15 - 18 mm lichte Weite). Zur Vermeidung des Verrutschens der Schicht dienen 2 lose Glaswollstopfen (80 bis 90 cm Schicht). Dieses so vorbereitete Rohr schiebt man in einen 1 m-Al-Blockofen, heizt diesen auf 230° und leitet 50 - 100 Ltr. Wassergas/Std. darüber. Die weitere Versuchsanordnung ist aus beigefügter Skizze ersichtlich. Der Schwefelwasserstoffdurchschlag wird durch Cadmiumacetatlösung und der organisch gebundene Schwefel nach Roelen und Feist bestimmt. Den Schwefelwasserstoff bestimmt man zweckmässigerweise ununterbrochen, d.h. man wechselt beispielsweise alle 24 Stunden das Zehnkugelrohr und bestimmt den H_2S ; den organischen Schwefel bestimmt man dagegen etwa alle 2 oder 3 Tage. Eine normale Masse mit etwa 40 - 50% Porosität zeigt ungefähr den in beigefügter Kurve angedeuteten Verlauf. Diese Kurve ist auf ein Wassergas mit etwa 17 - 18 g org. S/100 Nm³ bezogen. Bei Anwendung schwefelärmeren Gases steigt natürlich direkt proportional die gereinigte Gasmenge.

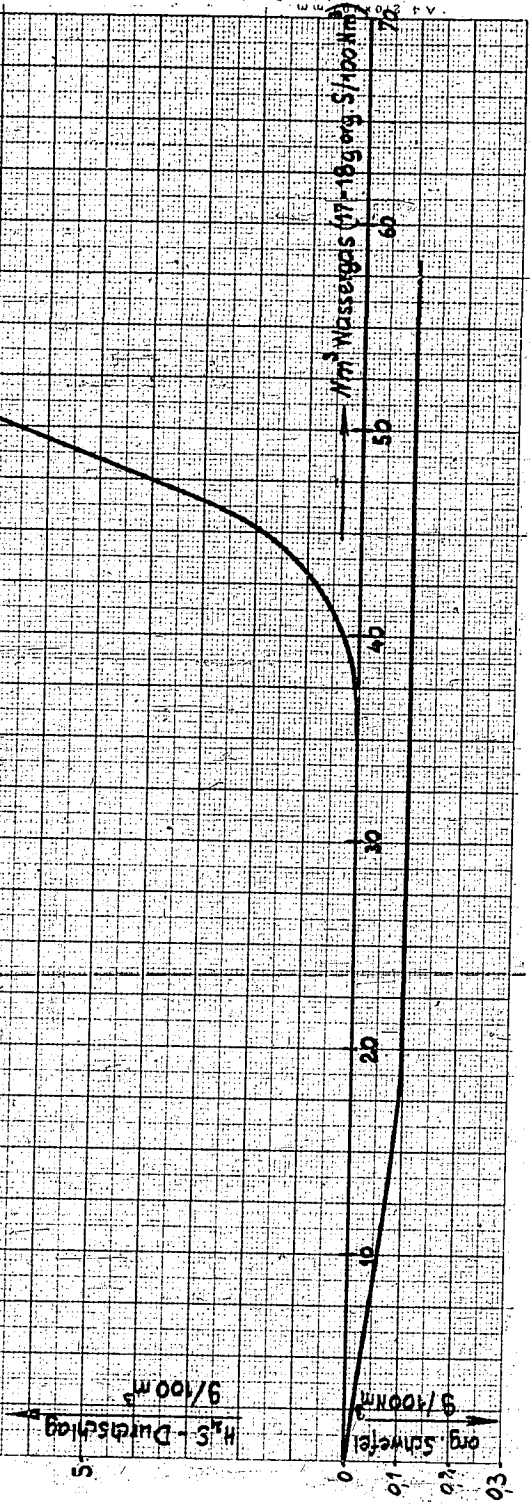
Versuchsordnung
für Aktivitätsprüfung frischer F.R.M.



Normalkurve der Aktivitätsprüfung

frischer Feinreinigungsmasse

100 g F.R.M.
30-100 g/Std.
Temp. 250°C



Porositätsbestimmung in der Siebfraction der Feinreiniger-
masse.

Die Voluprozente der Poren in Feinreinigermasse lassen sich sehr einfach mit Hilfe des skizzierten Apparates bestimmen. Der Apparat besteht aus einem nach unten verjüngten Gefäß, das seitlich einen Ablasshahn besitzt und mit 2 Markierungen versehen ist. (Das markierte Volumen beträgt 30 ccm). Der Ablasshahn ist mit einer Meßröhre verbunden, die eine $\frac{1}{10}$ ccm Einteilung aufweist und ebenfalls 30 ccm fasst.

Die Ausführung der Bestimmung:

Das Glasgefäß wird bis zur oberen Marke mit einem hochsiedenden Benzin (130 - 150° siedend) gefüllt, wobei darauf zu achten ist, dass der Kapillarahahn ebenfalls mit Benzin gefüllt ist.

Hierauf bringt man 8 - 10 g getrocknete Körner der zu prüfenden Feinreinigermasse (eine gute Durchschnittsprobe) in das Benzin (die Körner dürfen dabei nicht über die obere Marke steigen) und lässt die Luft aus den Poren der Masse entweichen. Ist die Masse mit Benzin vollgesogen, so wird das zugenommene Volumen bis zur oberen Marke abgelassen und gemessen. (a),

a gemessene ccm-Volumen der Masse ohne Poren.

Nach erfolgter Ablesung wird das Benzin bis zur unteren Marke abgelassen, 3 Minuten gewartet, das nachgetropfte Benzin nochmals abgelassen und gemessen. b.

Das Volumen der Poren c ergibt sich aus der Differenz

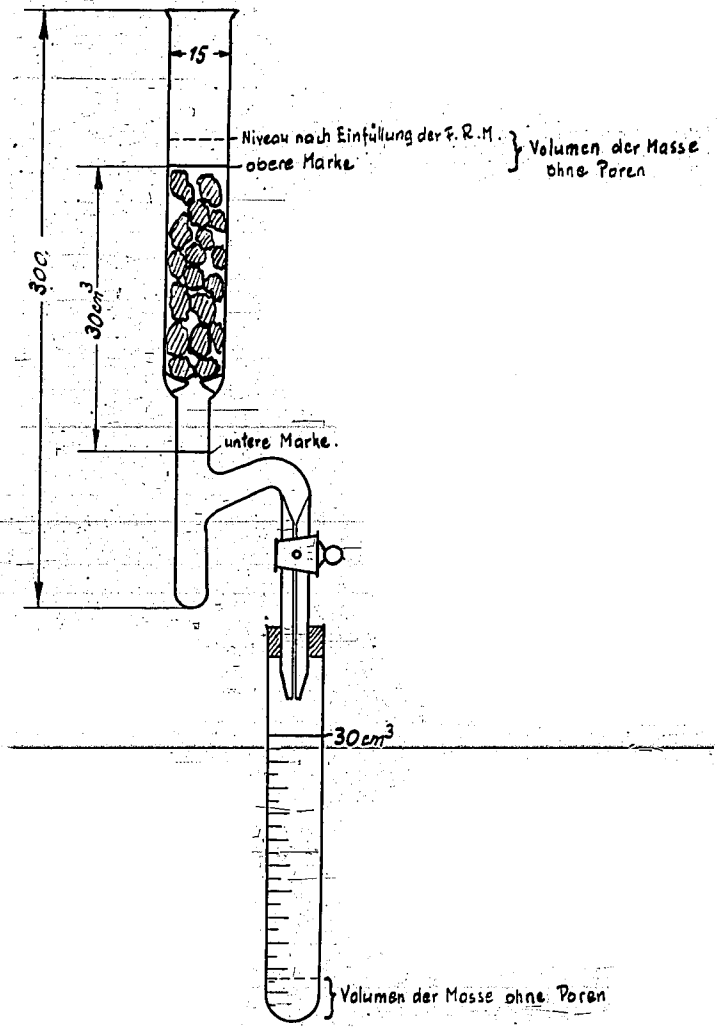
$$c = 30 - (b - a) = \text{Volumen der Poren.}$$

Die Porosität in Vol.% daher:

$$\text{Porosität} = \frac{\text{Porenvolumen } c \times 100}{\text{Massevolumen } (a + c)} = \text{Vol.}\%$$

Beispiel:

Volumen der Masse ohne Poren a:	2,6 ccm
abgelassenes Benzin b:	25,0 ccm
Porenvolumen 30 - b - a:	2,4 ccm
Massevolumen a + c:	5,0 ccm
Porosität: $\frac{2,4 \times 100}{5,0}$	= 48,0 Vol.%



Porositätsbestimmung in F. R. M.

Bestimmung des Sulfidschwefels in ausgebrauchter F.R.M.

Zur Bestimmung des Sulfidschwefels pulverisiert man eine grössere Durchschnittprobe der zu untersuchenden ausgebrauchten Feinreinigungsmasse, wägt je nach dem Schwefelgehalt 1 - 5 g der Pulver in einen Reduktionswertkolben (siehe dieses) ein, schliesst den Kolben an die Apparatur, leitet einen gelinden CO_2 -Strom durch und lässt durch den Tropftrichter verd. Salzsäure langsam zufließen, nachdem ein cadmiumacetatbeschicktes Zehnkugelrohr vorgeschaltet wurde. Der entstehende Schwefelwasserstoff wird durch das übergeleitete CO_2 in das Zehnkugelrohr gedrückt und hier absorbiert.

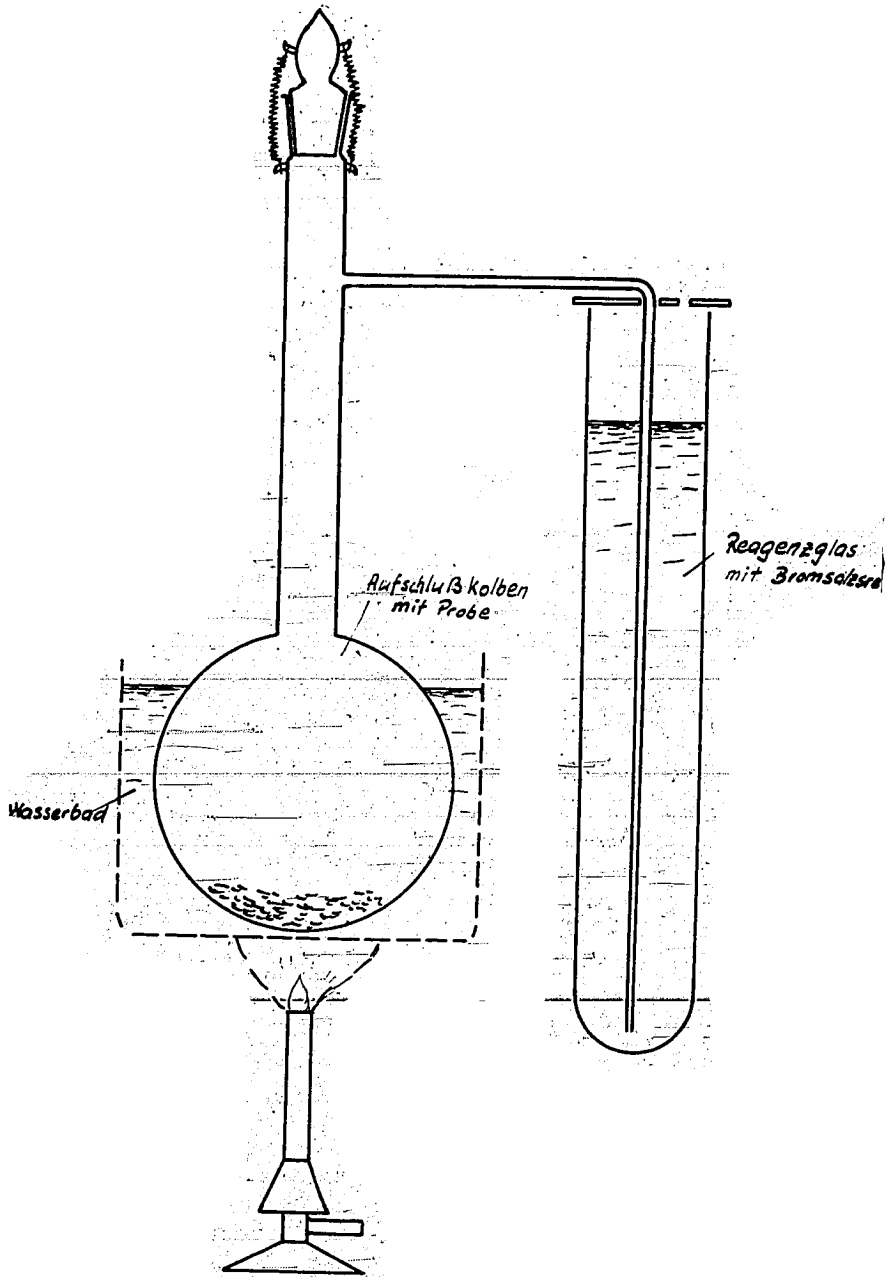
Nachdem die Lösung einige Zeit gekocht hat und noch etwa 5 Minuten CO_2 übergeleitet wurde, nimmt man das Zehnkugelrohr ab und bestimmt in bekannter Weise den Schwefelwasserstoffgehalt. Die Angabe des Schwefelgehaltes erfolgt in Gewichtsprozent.

1 cm n/10 Jodlösung = 0,0016 g Schwefel

Beispiel:

Einwaage:	5,0000 g gepulverte ausgebrauchte F.R.M.
Angewandte Jodmenge:	40,0 cm n/10 Jodlösung
zurücktitriert:	13,7 cm
Verbrauch:	<u>26,3 cm n/10 Jodlösung</u>
Sulfid-Schwefelgehalt	$= \frac{26,3 \times 0,0016 \times 100}{5,0000} = 0,843\%$

bezogen auf schwefelfreie Masse: $\frac{0,843 \times 100}{(100 - 0,843)} = \underline{\underline{0,850\%}}$



S- Bestg. durch Aufschluß mit Br/HCl.

Bestimmung des Gesamtschwefels in Feinreinigermasse.

Man vermischt 1,000 g Feinreinigermasse mit 2,5 g Natriumperoxyd und 2,0 g wasserfreier Soda in einem Platin- oder Nickel- tiegel und erhitzt zunächst 10 Minuten mit kleiner Flamme, bis das Gemisch erweicht und zusammenbackt. Dann erhitzt man mit starker Flamme 15 - 20 Minuten, bis die Schmelze in wallende Bewegung gerät. Nach Erkalten der Schmelze bringt man den gesamten Tiegel in ein Becherglas, löst die Schmelze heraus, oxydiert mit Bromsalzsäure und fällt den als Sulfat vorliegenden Schwefel mit Bariumchlorid.

Die weitere Verarbeitung geschieht in bekannter Weise.

Es müssen beim Aufschluss folgende Punkte beachtet werden:

- Schwaches Erhitzen bei Beginn der Schmelze,
- starkes Erhitzen bis zum wallenden Fluss,
- Oxydation mittels Bromsalzsäure und
- Abdampfen des Broms unter dem Abzug !

Weiterhin lässt sich der Gesamtschwefel auch nach Eschka bestimmen (s.d.)

Beispiel:

Ausgebrauchte Feinreinigermasse.

Einwaage : 1,0000 g trockene Masse

gefunden : 0,6527 g BaSO₄ = 0,6527 x 0,1373 = 0,0896

Gesamtschwefelgehalt: 8,96 % Schwefel

g-S

bezogen auf schwefelfreie Masse:

$$\frac{8,96 \times 100}{(100 - 8,96)} = 9,84 \text{ \% Gesamtschwefel.}$$

Bestimmung des Sodagehaltes in Feinreinigermasse.

Die getrocknete Masse der Wasserbestimmung wird fein pulverisiert, nochmals genau gewogen und in einem 500 er Erlenmeyerkolben mit etwa 200 - 300 ccm Wasser versetzt. Durch längeres Kochen wird die Soda in Lösung gebracht, heiss filtriert, mit heissem Wasser gründlich gewaschen und in einem 1000er Meßkolben gefüllt. Nach dem Auffüllen bis zur Marke werden 100 ccm abpipettiert und mit 1 n Salzsäurelösung titriert unter Verwendung von Methylrot oder Bromphenolblau als Indikator.

Berechnung:

$$\frac{\text{HCl-Verbrauch in ccm} \times 0,053}{\text{angewandte Menge in g}} \times 1000 = \% \text{ Soda}$$

Beispiel:

Angewandt: 9,344 g trockene FRM

100 ccm des verd. Filtrats verbrauchen: 6,35 ccm
1 n HCl

$$\text{daher Sodagehalt} = \frac{6,35 \times 53}{9,344} = 36,0\% \text{ Soda bezogen auf}$$

trockene Masse.

Bestimmung des Wassergehaltes in Feinreinigermasse.

10 g einer guten Durchschnittsprobe der zu untersuchenden Feinreinigermasse werden in einem Porzellanschälchen eingewogen, bei 105° mindestens 6 - 8 Stunden im Trockenschrank getrocknet und nach dem Erkalten abermals gewogen. Der Gewichtsverlust ist gleich dem Wassergehalt. Die Angabe des Wassergehaltes erfolgt in Gewichtsprozenten.

Beispiel: Frische Feinreinigermasse

Porzellanschälchen mit Masse:	67,885 g
Porzellanschälchen leer:	<u>57,637 g</u>
Einwaage:	10,248 g

Nach 10-stündigem Trocknen:	
Porzellanschälchen mit Masse:	67,538 g
Porzellanschälchen leer:	<u>57,637 g</u>
Einwaage:	9,901 g

feuchte Masse:	10,248 g
trockene Masse:	<u>9,901 g</u>
Wassergehalt:	<u>0,347 g</u>

$$\text{Wassergehalt} = \frac{0,347 \times 100}{10,248} = 3,39 \% \text{ Wasser}$$

(bezogen auf feuchte
Masse)

Bestimmung des Schüttgewichtes von Feinreinigermasse.

Man füllt einen 250 ccm Meßzylinder mit der zu untersuchenden Feinreinigermasse bis zur Marke, stößt dreimal kurz auf, füllt evtl. bis zur Marke nach und wägt. Das Schüttgewicht ergibt sich in bekannter Weise durch Division des Gewichtes durch das Volumen.

Beispiel:

Volumen: 250 ccm
Gewicht: 207,5 g nichtzerkleinerte FRM

$$\frac{207,5}{250,0} = 0,83 \text{ g/ccm lockeres Schüttgewicht}$$