

Schwefelwasserstoffbestimmungen.

A. Qualitative Methode zur stichprobeweisen Bestimmung des Schwefelwasserstoffgehaltes (Bleipapierprobe)¹⁾.

Reagenzien: Bleiazetatlösung, 25 g in 100 cm³ Wasser.

Ausführung der Bestimmung:

Man läßt einen Gasstrahl 60 s lang gegen Filtrierpapier strömen, das mit Bleiazetatlösung getränkt ist. Um eine Gewähr dafür zu haben, daß bei allen Versuchen annähernd die gleiche Gasmenge in der Zeiteinheit auf das Papier trifft, verwendet man ein Glasrohr von 8 mm l.W., das in eine Spitze von etwa 2 mm l.W. ausgezogen ist. Das Glasrohr ist mit einem T-Rohr verbunden, dessen einer Schenkel in eine mit Wasser gefüllte Flasche führt, wo er 60 mm tief eintaucht.

Das Filtrierpapier hält man in etwa 1 cm Abstand von der Spitze. Die Apparatur wird unmittelbar vor der Probe mit Gas gründlich ausgespült. Schwärzt sich das Bleipapier während 60 s nicht, so sind in 100 m³ Gas unter 0,2 g H₂S enthalten.

B. Schnellmethode zur stichprobeweisen Bestimmung des Schwefelwasserstoffgehaltes (Betriebsmethode).

Reaktionen:



Demzufolge entspricht 1 Mol J₂ = 4 Mol H₂S,

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ Jodlösung} = 0,0017 \text{ g H}_2\text{S}.$$

Reagenzien:

$\frac{n}{10}$ Jodlösung,

$\frac{n}{10}$ Natriumthiosulfatlösung,

Kadmiumazetatlösung: 30 g kristallisiertes Kadmiumazetat und 6 ccm Eisessig in 1000 ccm Wasser.

Stärkelösung,
konzentrierte Salzsäure.

Apparatur:

Doppelhahnbürette mit Trichteraufsatz, etwa 850 cm³ Inhalt.

Ausführung der Bestimmung:

Man läßt durch die trockene Doppelhahnbürette das Gas mindestens 3 min lang durchströmen, schließt die Bürette und stellt den normalen Druck durch kurzes Öffnen des unteren Hahnes her. Nun füllt man den Trichteraufsatz mit etwa 20 ccm Kadmiumazetatlösung, setzt einen Gummistopfen mit Glasrohr und Mundstück auf den Trichteraufsatz und drückt dann die Lösung durch Blasen mit dem Munde in die Bürette. Die Bürette wird kurze Zeit kräftig geschüttelt, wobei der Schwefelwasserstoff mit dem Kadmiumazetat unter Bildung von Kadmiumsulfid reagiert. Die Lösung mit dem gelben Niederschlag läßt man in einen Erlenmeyerkolben abfließen und spült die Bürette mit essigsauerm Wasser nach. Hierauf filtriert man den Niederschlag und wäscht ihn mit essigsauerm Wasser gut aus²⁾. Das Filter samt Niederschlag wird in einen Erlenmeyerkolben mit Stopfen gebracht. Hinzu fügt man 10 ccm Jodlösung, verdünnt mit Wasser und gibt einige ccm konz. Salzsäure hinzu. Man schüttelt dann im verschlossenen Erlenmeyerkolben so lange, bis das Filter zerschlagen ist und titriert das überschüssige Jod mit Thiosulfatlösung zurück (Indikator Stärkelösung).

Ausrechnung:

$$\frac{\text{ccm verbrauchte Jodlösung} \cdot 0,0017 \cdot 1000}{\text{Literinhalt der Doppelhahnbürette}} = \text{g H}_2\text{S} / \text{m}^3$$

Die Umrechnung auf den Gehalt im Normalkubikmeter erfolgt in bekannter Weise, wobei der herrschende Luftdruck und die Raumtemperatur, bei der der Druckausgleich erfolgte, zugrunde gelegt werden.

C. Methode zur Bestimmung des Schwefelwasserstoffgehaltes während einer längeren Betriebsperiode³⁾.

Reaktionen:

Wie vorstehend unter B beschrieben.

Reagenzien:

Kadmiumazetatlösung, 50 g kristallisiertes Kadmiumazetat + 10 ccm Eisessig in 1000 ccm Wasser, sonstige Reagenzien wie vorstehend unter B.

Apparatur⁴⁾

Ausführung der Bestimmung:

Das zu untersuchende Gas wird durch ein Zehnkugelrohr und eine Waschflasche, die mit essigsaurer Kadmiumazetatlösung beschickt sind, geleitet und dann in einer Gasuhr gemessen. Die Menge des durchzuschickenden Gases richtet sich nach dem Schwefelwasserstoffgehalt des Gases bzw. nach der Menge des entstehenden Kadmiumsulfidniederschlags.

Nach Beendigung des Versuches wird das Kadmiumsulfid abfiltriert, mit essigsauerm Wasser nachgewaschen und samt Filter in einen Erlenmeyerkolben mit Stopfen gebracht⁵⁾. Hierzu fügt man 50 ccm n/10 Jodlösung, verdünnt mit Wasser auf etwa 150 ccm und gibt 10 ccm konz. Salzsäure hinzu. Man schüttelt dann im verschlossenen Erlenmeyerkolben so lange, bis der Niederschlag völlig gelöst ist und titriert das überschüssige Jod mit Thiosulfat zurück.

Ausstechnung:

$$\frac{\text{ccm verbrauchte Jodlösung} \cdot 0,0017 \cdot 1000}{\text{Liter durchgeleitetes Gas (0°, 760 mm)}} = \text{g H}_2\text{S/Nm}^3.$$

- 1) Ruhrgas A.G., Analytische Methoden für die Untersuchung von Kokereigas, a.Aufl., S.12. Essen 1933.
- 2) Bei Schnellbestimmungen unterbleibt die Filtration. Man spült dann die Kadmiumazetatlösung direkt in einen Erlenmeyerkolben, gibt Jodlösung hinzu und titriert mit Thiosulfat zurück.
- ~~3) Ruhrgas A.G., Analytische Methoden für die Untersuchung von Kokereigas, 2.Aufl., S.13. Essen 1933.~~
- 4) Das Zehnkugelrohr bringt man zweckmäßig in einer schmalen, schrägabfallenden, offenen Holzkiste unter. Abmessungen z.B.: Länge: 550 mm, Breite: 120 mm, Höhe: eine Seite 170 mm, andere Seite 210 mm. Die schmale hohe Seitenwand erhält eine runde Vertiefung, in die das Rohrende des

Zehnkugelrohres gelegt wird. Über das Glasrohr schiebt man einen Stopfen, der innerhalb der Kiste leise an die Wand drückt, wodurch das Kugelrohr vollkommen ruhig liegt. Derartige Kisten haben sich im Betrieb sehr bewährt, erübrigen das lästige Einklemmen in ein Stativ und erleichtern den Transport. Die hintergeschaltete Waschflasche wird bei normalen Betriebsanalysen nicht angewendet.

- 5) Wenn der Kadmiumsulfidniederschlag selbst nach dem Durchleiten von 500 bis 1000 Ltr. gering ist, so unterbleibt die Filtration. Man arbeitet dann wie bei der Schnellmethode, siehe Fußnote 2.

(Entnommen aus G. W. F. Jahrgang 89, Heft 26
25. 6. 38)