

Oberhausen-Holtten, den 8. August 1939.

000196

Übersetzung aus dem Russischen.

N. Kaminski.

Apparat zur quantitativen Bestimmung der H₂S-
Beimischungen in Gasen.

[Fett- und Öl-Industrie, russ. Massloboino-schirowoje
Delo 13, 3 32/33 (1937).]

Bis in die letzte Zeit hinein wurde auf den Gaszechen der Hydrierwerke U.d.S.S.R. der Schwefelwasserstoff im Wasser-^{qualitativ}gas und im Wasserstoff fast ausschließlich bestimmt. Die in der Literatur angegebenen Methoden zur Bestimmung von H₂S in Gasen sind entweder nicht genau oder nehmen für jede Bestimmung viel Zeit in Anspruch. Wir haben uns vorgenommen, eine Methode und einen Apparat für die schnelle und genaue Analyse aufzuarbeiten.

In dem wir die jodometrische Methode zugrunde legten, haben wir eine ziemlich kompakte Glasapparatur angefertigt, welche fast ohne Jodverluste bei der Bestimmung arbeitet. Der Apparat besteht aus einem Glasrohr A, welches unten mit einem Glashahn versehen ist. Ein Reagenzrohr E, versehen mit einem in den Boden des Reagenzglases eingesetzten Syphonröhrchen, wird mittels Schliff ~~mit~~ dem Glasrohr A verbunden und selbst mit einem Gummistopfen D verschlossen; durch den Gummistopfen wird ein gradwinklich gebogenes Röhrchen M eingelassen. Ein Gaszuleitungsrohr K ist in das Rohr A von der Seite her bis fast nach unten eingesetzt. Der Apparat wird mittels eines Stativs aufgestellt.

Zur Analyse wird in das Rohr A 50 ccm dest. Wasser und eine genau abgemessene 0,1 n Jodlösung (25 oder 50 ccm) gegeben und mit dest. Wasser bis auf 200 ccm aufgefüllt. Der obere Schliff wird mit 5 %iger KI-Lösung benetzt und das Reagenzrohr E eingesetzt. Dann wird in das Reagenzrohr E 10 - 20 ccm 0,1 n N₂S₂O₃-Lösung gegeben und das Reagenzrohr mit dem Stopfen D verschlossen. Das Zuleitungsrohr K wird mit der Gasleitung und das Rohr M mit dem Aspirator F verbunden.

Durch den Apparat wird mittels des Aspirators F das zu untersuchende Gas in der für die Analyse nötigen Menge durchgesaugt. Nach Ausschalten des Gases wird die Apparatur von dem Aspirator getrennt und beide Lösungen (Jod und Thiosulfat) werden durch den Hahn B in eine mit Glasstopfen versehene Vorlage abgelassen, die Reagenzrohre E und A mit dest. Wasser nachgespült und der Jodüberschuß mit Thiosulfat zurücktitriert. Der H₂S-Gehalt wird nach der Formel

$$H_2S \text{ (mg)} = \frac{[a - (b+c)] \cdot 1,7}{V}$$

berechnet, wo a = Anzahl ccm 0,1 n Jodlösung im Rohr A, b = Anzahl ccm 0,1 n Thiosulfatlösung im Reagenzglas E, c = Anzahl ccm 0,1 n Thiosulfatlösung, welche bei der Titration des Jodüberschusses verbraucht wurden, 1,7 = Jodtiter ausgedrückt in mg H₂S, V = Gasvolumen bei 0°, 760 mm, welches durch die Apparatur durchgesaugt worden ist.

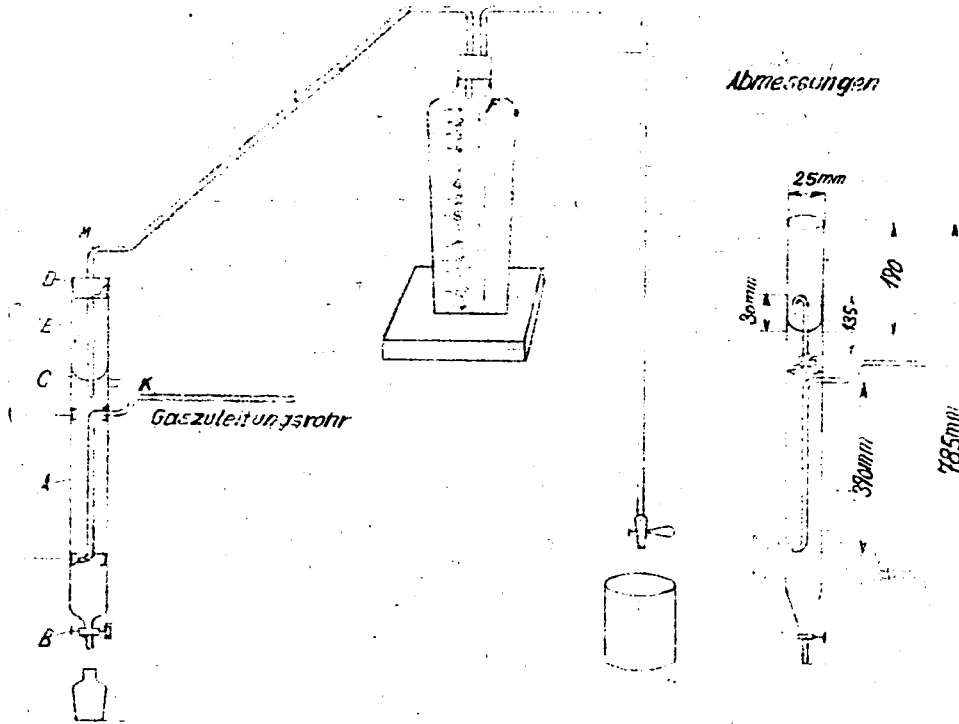
Um die Genauigkeit der Methode mittels des beschriebenen Apparats zu prüfen, wurde von uns eine Anzahl von Vergleichsversuchen aufgestellt, wobei für den Vergleich eine Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd-Methode angewandt wurde; als Reagenz zur H₂S-Bestimmung der gebildeten H₂SO₄ mit Chlorbarium. (Trädwell).

Gasbezeichnung	Gehalt nach gewichtsanalytischer Methode mg/l	Gehalt nach jodometrischer Meth. i. d. Apparat mg/l.	Differenz in mg pro 1 Gas	Durchgesaugte Gasmenge	Saugdauer des Gases in Stunden.
1 Wasserstoff	0,022	0,024	+0,002	15	6
2 Wasserstoff aus dem Netz	0,025	0,023	-0,002	25	12
3 Wasserstoff nach Durchgang eines Kontaktkastens	0,303	0,307	+0,004	7	1
4 dito	0,67	0,56	-0,11	8	2
5 Wassergas	1,2	1,21	+0,01	8	2
6 dito	1,49	1,3	-0,19	3	0,5
7 dito	1,66	1,54	-0,12	6	0,5
8 dito	3,19	3,12	-0,07	5	0,5
9 dito	3,37	3,43	+0,06	18	12
10 dito	3,6	3,71	+0,11	8	1
11 dito	3,51	3,73	+0,22	9	1
12 Wasserstoff aus dem Ofen	3,83	3,73	+0,1	7	1
13 dito	4,72	4,63	-0,09	7,5	2
14 dito	6,21	6,11	-0,10	6	1
15 Wassergas vor dem Kontaktkasten	4,15	4,00	-0,15	17	12
16 dito	4,58	4,44	-0,14	6	3
17 dito	4,6	4,52	-0,08	8	0,5

Die in der Tabelle angeführten Resultate haben gezeigt,
daß die jodometrische Methode in unserem Apparat für die
Kontrolle der Gaserzeugung vollkommen geeignet ist.

Übersetzt: S. Gubitz

Bemerkung:



Datum	Name