

Wasserbestimmungsmethode für Koksofengas mit großen und kleinen Wassergehalten.

aus dem Aufsatz: "Über die Bestimmung kleiner Feuchtigkeitsgehalte im Koksofengas" von Dr. phil. H. Seebaum und Dr. Ing. E. Hartmann.

(Gesammelte Berichte aus Betrieb und Forschung d. Ruhrgas AG.)

Auf Grund der in obigen Ausführungen dargelegten Versuche wird für die Wasserbestimmung im Koksofengas folgende Methode vorgeschlagen:

Das zu untersuchende Gas wird durch 3 hintereinander geschaltete Chlorkalziumröhrchen geleitet, von denen das 1. auf Raumtemperatur, die beiden folgenden auf  $0^{\circ}\text{C}$  gehalten werden. Bei Wassergehalt des Gases unter  $5\text{ g/m}^3$  empfiehlt es sich, auch das 1. Chlorkalziumröhrchen bereits auf  $0^{\circ}\text{C}$  abzukühlen. Wie Abb. 8 zeigt, verwendet man einen gut isolierten Kasten, in dem die Temperatur von  $0^{\circ}\text{C}$  während der Versuchszeit gut eingestellt werden kann. Das Gas streicht dann durch eine mit Wasser gefüllte Waschflasche, über einen Strömungsmesser zur Gasuhr. Die Gasgeschwindigkeit wird auf  $80\text{ l/h}$  eingestellt und an dem geeichten Strömungsmesser kontrolliert. Die wassergefüllte Waschflasche dient zur Aufsättigung des Gases vor Eintritt in <sup>den</sup> Gasmesser und zur Beobachtung des Gasdurchgangs. Die anzuwendende Gasmenge richtet sich nach dem zu erwartenden Wassergehalt des Gases. Die insgesamt aufgenommene Wassermenge soll mindestens  $0,2\text{ g}$  betragen.

Die Röhrchen werden mit reinem Chlorkalzium (90 - 93 %) von der Körnung 3 - 5 mm beschickt und vor ihrem Gebrauch während 30 Minuten mit Kohlensäure behandelt, die man in langsamem Strom durchstreichen läßt, damit die basischen Bestandteile des Chlorkalziums abgesättigt werden. Man leitet schließlich noch kurze Zeit Gas hindurch und läßt die Röhrchen im Wägezimmer die dort herrschende Temperatur annehmen. Durch kurzes Öffnen der Glashähne stellt man dann den Druck ausgleich her. Es ist klar, daß man auf äußerste Sauberkeit der Röhrchen achten muß. Das an den Glashähnen heraustretende Hahnfett muß gut entfernt werden. Als Aufhängevorrichtung

für die eigentliche Wägung verwendet man einen gebogenen Aluminiumdraht, der jedoch mit dem Röhrchen nicht fest verbunden wird und an der Waage verbleibt. Auch nach dem Versuch darf der Druckausgleich, vor allem der tiefgekühlten Röhrchen, nach erfolgtem Temperaturangleich nicht versäumt werden.

In Anbetracht des bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 30 l/h und bei 0° C gefundenen Tensionswertes des Chlorkalziums muß dem ermittelten Wassergehalt in g/m<sup>3</sup> der konstante Wert von 0,27 g/m<sup>3</sup> zugezählt werden, um zu dem wahren Wassergehalt zu gelangen. Handelt es sich um die Wasserbestimmung in Gasen, aus denen sich bereits bei 0° C flüssige oder feste Bestandteile abscheiden, so arbeitet man bei einer genau einzuhaltenden Temperatur der Chlorkalziumröhrchen 1, 2 und 3 von +20° C und fügt 1,0 g/m<sup>3</sup> dem ermittelten Wert zu (s. Zahlentafel 6).

Eine Nachschaltung von Phosphorpentoxyd wird nicht empfohlen, da das Arbeiten mit Phosphorpentoxyd lästig ist. Andererseits besteht die Möglichkeit, daß in gewissen Fällen bei Vorliegen größerer Mengen durch Phosphorpentoxyd angreifbarer Stoffe Fehler auftreten können.

Die nach dieser Arbeitsweise - Tiefkühlung der Röhrchen auf 0° C - durchgeführte Wasserbestimmung im Koksogas macht es somit möglich, Wassergehalte des Gases bis zu etwa 0,4g/m<sup>3</sup> mit guter Genauigkeit zu bestimmen.

#### Zusammenfassung:

In obigen Ausführungen wurde über Untersuchungen berichtet, die sich mit der Wasserbestimmung nach der Chlorkalziummethode befassen. Es wurden folgende Feststellungen gemacht:

1. Die über Chlorkalzium von +20° C und einer Strömungsgeschwindigkeit des durchstreichenden Gases von 15 l/h sich ausbildende Wasserdampftension wurde zu 0,97 mm Hg bzw. 0,82 g/m<sup>3</sup> bestimmt. Sie bedingt, daß die Chlorkalziummethode Fehlern unterworfen ist, die umso größer werden, je kleiner die Wassergehalte des Gases sind.
2. Es wurde eine Wasserdampftensionskurve über Chlorkalzium für verschiedene Temperaturen bis zu -20° C ermittelt,

aus der hervorgeht, daß bei  $0^{\circ} \text{C}$  die Wasserdampftension nur den vierten Teil des bei  $+20^{\circ} \text{C}$  bestimmten Wertes beträgt.

3. Es wurde überprüft, inwieweit eine Abhängigkeit der Wasserdampftension des Chlorkalziums von der Strömungsgeschwindigkeit des darüberstreichenden Gases besteht und gefunden, daß die Tensionswerte bei hohen Strömungsgeschwindigkeiten nur wenig höher liegen als bei niedrigen Geschwindigkeiten, daß sie aber für jede Strömungsgeschwindigkeit ziemlich konstant sind.
4. Die unter 1 - 3 ermittelten Ergebnisse wurden mit Freiluft bzw. reinem Stickstoff als Traggas für Wasserdampf durch Nachschaltung von Phosphorpentoxyd bestimmt. Bei Überprüfung der Verhältnisse mit Koksofengas zeigte sich eine starke Verfärbung des Phosphorpentoxyds. Es konnte gezeigt werden, daß der durch entstehende Phosphorsäure erfolgende Angriff auf gewisse Bestandteile des Gases vor allem bei hohen Strömungsgeschwindigkeiten gewichtsmäßig gering ist.
5. Versuche bei weitgehender Beladung des Chlorkalziums mit Wasserdampf zeigten, daß bis zu einer Wasseraufnahme des Chlorkalziums von rund 20 % die Aufnahmefähigkeit nur unwesentlich nachläßt, die Chlorkalziumröhrchen also lange Zeit betriebsfähig sind.
6. Auf Grund der durchgeführten Versuche wurde eine Wasserbestimmungsmethode für Koksofengas mit Chlorkalzium vorgeschlagen, die darauf beruht, daß drei Chlorkalziumröhrchen verwandt werden, von denen die beiden letzten auf  $0^{\circ} \text{C}$  gehalten werden. Die Strömungsgeschwindigkeit wird auf 30 l/h eingestellt. Der im Versuch ermittelten Wassermenge wird bei hohen und kleinen Wassergehalten der konstante Wert von  $0,27 \text{ g/m}^3$  zugezählt.

Wasserbestimmungsmethode für Koksofengas mit großen und kleinen Wassergehalten.

aus dem Aufsatz: "Über die Bestimmung kleiner Feuchtigkeitsgehalte im Koksofengas" von Dr.phil.H.Seebaum und Dr.Ing.E.Hartmann.

(Gesammelte Berichte aus Betrieb und Forschung d.Ruhrbergbau AG.)

Auf Grund der in obigen Ausführungen dargelegten Versuche wird für die Wasserbestimmung im Koksofengas folgende Methode vorgeschlagen:

Das zu untersuchende Gas wird durch 3 hintereinander geschaltete Chlorkalziumröhrchen geleitet, von denen das 1. auf Raumtemperatur, die beiden folgenden auf  $0^{\circ}$  C gehalten werden. Bei Wassergehalt des Gases unter  $5 \text{ g/m}^3$  empfiehlt es sich, auch das 1. Chlorkalziumröhrchen bereits auf  $0^{\circ}$  C abzukühlen. Wie Abb.8 zeigt, verwendet man einen gut isolierten Kasten, in dem die Temperatur von  $0^{\circ}$  C während der Versuchszeit gut eingestellt werden kann. Das Gas streicht dann durch eine mit Wasser gefüllte Waschflasche, über einen Strömungsmesser zur Gasuhr. Die Gasgeschwindigkeit wird auf 80 l/h eingestellt und an dem geeichten Strömungsmesser kontrolliert. Die wassergefüllte Waschflasche dient zur Aufsättigung des Gases vor Eintritt in <sup>den</sup> Gasmesser und zur Beobachtung des Gasdurchgangs. Die anzuwendende Gasmenge richtet sich nach dem zu erwartenden Wassergehalt des Gases. Die insgesamt aufgenommene Wassermenge soll mindestens 0,2 g betragen.

Die Röhrchen werden mit reinem Chlorkalzium (90 - 93 %) von der Körnung 3 - 5 mm beschickt und vor ihrem Gebrauch während 30 Minuten mit Kohlensäure behandelt, die man in langsamem Strom durchstreichen läßt, damit die basischen Bestandteile des Chlorkalziums abgesättigt werden. Man leitet schließlich noch kurze Zeit Gas hindurch und läßt die Röhrchen im Wägezimmer die dort herrschende Temperatur annehmen. Durch kurzes Öffnen der Glashähne stellt man dann den Druckausgleich her. Es ist klar, daß man auf äußerste Sauberkeit der Röhrchen achten muß. Das an den Glashähnen heraustretende Hahnfett muß gut entfernt werden. Als Aufhängevorrichtung

für die eigentliche Wägung verwendet man einen gebogenen Aluminiumdraht, der jedoch mit dem Röhrchen nicht fest verbunden wird und an der Waage verbleibt. Auch nach dem Versuch darf der Druckausgleich, vor allem der tiefgekühlten Röhrchen, nach erfolgtem Temperaturangleich nicht versäumt werden.

In Anbetracht des bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 80 l/h und bei 0° C gefundenen Tensionswertes des Chlorkalziums muß dem ermittelten Wassergehalt in g/m<sup>3</sup> der konstante Wert von 0,27 g/m<sup>3</sup> zugezählt werden, um zu dem wahren Wassergehalt zu gelangen. Handelt es sich um die Wasserbestimmung in Gasen, aus denen sich bereits bei 0° C flüssige oder feste Bestandteile abscheiden, so arbeitet man bei einer genau einzuhaltenden Temperatur der Chlorkalziumröhrchen 1, 2 und 3 von +20° C und fügt 1,0 g/m<sup>3</sup> dem ermittelten Wert zu (s. Zahlentafel 6).

Eine Nachschaltung von Phosphorpentoxyd wird nicht empfohlen, da das Arbeiten mit Phosphorpentoxyd lästig ist. Andererseits besteht die Möglichkeit, daß in gewissen Fällen bei Vorliegen größerer Mengen durch Phosphorpentoxyd angreifbarer Stoffe Fehler auftreten können.

Die nach dieser Arbeitsweise - Tiefkühlung der Röhrchen auf 0° C - durchgeführte Wasserbestimmung im Kokscofengas macht es somit möglich, Wassergehalte des Gases bis zu etwa 0,4g/m<sup>3</sup> mit guter Genauigkeit zu bestimmen.

#### Zusammenfassung:

In obigen Ausführungen wurde über Untersuchungen berichtet, die sich mit der Wasserbestimmung nach der Chlorkalziummethode befassen. Es wurden folgende Feststellungen gemacht:

1. Die über Chlorkalzium von +20° C und einer Strömungsgeschwindigkeit des durchstreichenden Gases von 15 l/h sich ausbildende Wasserdampftension wurde zu 0,97 mm Hg bzw. 0,82 g/m<sup>3</sup> bestimmt. Sie bedingt, daß die Chlorkalziummethode Fehlern unterworfen ist, die umso größer werden, je kleiner die Wassergehalte des Gases sind.
2. Es wurde eine Wasserdampftensionskurve über Chlorkalzium für verschiedene Temperaturen bis zu -20° C ermittelt,

aus der hervorgeht, daß bei 0° C die Wasserdampftension nur den vierten Teil des bei +20° C bestimmten Wertes beträgt.

3. Es wurde überprüft, inwieweit eine Abhängigkeit der Wasserdampftension des Chlorkalziums von der Strömungsgeschwindigkeit des darüberstreichenden Gases besteht und gefunden, daß die Tensionswerte bei hohen Strömungsgeschwindigkeiten nur wenig höher liegen als bei niedrigen Geschwindigkeiten, daß sie aber für jede Strömungsgeschwindigkeit ziemlich konstant sind.
4. Die unter 1 - 3 ermittelten Ergebnisse wurden mit Preßluft bzw. reinem Stickstoff als Traggas für Wasserdampf durch Nachschaltung von Phosphorperoxyd bestimmt. Bei Überprüfung der Verhältnisse mit Koksogas zeigte sich eine starke Verfärbung des Phosphorperoxyds. Es konnte gezeigt werden, daß der durch entstehende Phosphorsäure erfolgende Angriff auf gewisse Bestandteile des Gases vor allem bei hohen Strömungsgeschwindigkeiten gewichtsmäßig gering ist.
5. Versuche bei weitgehender Beladung des Chlorkalziums mit Wasserdampf zeigten, daß bis zu einer Wasseraufnahme des Chlorkalziums von rund 20 % die Aufnahmefähigkeit nur unwesentlich nachläßt, die Chlorkalziumröhrchen also lange Zeit betriebsfähig sind.
6. Auf Grund der durchgeführten Versuche wurde eine Wasserbestimmungsmethode für Koksogas mit Chlorkalzium vorgeschlagen, die darauf beruht, daß drei Chlorkalziumröhrchen verwandt werden, von denen die beiden letzten auf 0° C gehalten werden. Die Strömungsgeschwindigkeit wird auf 80 l/h eingestellt. Der im Versuch ermittelten Wassermenge wird bei hohen und kleinen Wassergehalten der konstante Wert von 0,27 g/m<sup>3</sup> zugezählt.