

3448 - 30/5.01 - 20

Miscellaneous Analytical
Methods

000655

A42

SVA-Arbeitsvorschrift Nr. 1.

Gasanalyse.

Zur Ausführung wird das Gerät verwendet.

A. Apparatur.

1.) Capillarsystem.

Da mit der schädliche Raum im Verhältnis zur angewendeten Gasmenge gering ist, soll das Capillarsystem von möglichst geringem Lichte Durchmesser sein. Ferner soll bei allen Schlauchverbindungen zwischen den einzelnen Capillarenden Glas auf Glas sitzen.

2.) Meßbrette.

Die Meßbrette hat einen Meßinhalt von 100 ccm, sie ist in 1/10 ccm geteilt und zur Vermeidung von Temperaturänderungen während der Analyse von einem Wasserbad umgeben. Als Sperrflüssigkeit empfiehlt sich angesäuerte, gesättigte Natriumsulfat- oder Natriumchloridlösung, die mit Methylorange auf ihre saure Reaktion kontrolliert wird.

3.) Absorptionsgefäße.

Wir verwenden als Absorptionspipette die Bauart Dr. Traub. Die Flüssigkeiten in den Absorptionspipetten werden durch Gummiplättchen oder andersartig vor Luftzutritt geschützt. Das Ausweichgefäß ist mit angesäuertem Natriumsulfatlösung bzw. Natriumchloridlösung gefüllt. Auch kann für die Füllung angesäuerte, wässrige Glycerinlösung (1:1) verwendet werden.

Für die Entnahme von Gasproben in den Wetterrohren dienen die gleichen Sperrflüssigkeiten.

4.) Verbrennungseinrichtung.

Für die getrennte Verbrennung von Wasserstoff und Methan über Kupferoxyd werden HCl_3 - oder Silberaldröhren verwendet. Sie werden mit einem Gasbrenner beheizt.

B. Absorptionsflüssigkeiten und Arbeitsweise.

1.) Vorarbeiten.

Vor jeder Analyse muß das im Stahlröhrchen vorhandene Kupfer mittels Durchsaugen von Luft (Wasserstrahlpumpe) bei schwacher Rotglut zu Kupferoxyd oxydiert werden. Nach dem Erkalten ist das ganze Kapillarsystem mit Stickstoff auszuspuhlen. Das zu analysierende Gas wird dann in die Bürette eingemessen. Zu ermitteln sind:

CO₂, skW, O₂, SO, H₂, CH₄, N₂
und C-Zahl.

2.) Kohlensäure.

Das Gas wird durch die mit 33 gew.iger Kalilauge gefüllte Pipette solange hin und her geleitet, bis das Volumen nicht mehr abnimmt.

3.) Schwere Kohlenwasserstoffe.

Die Bestimmung erfolgt mit rauchender Schwefelsäure. Eine Volumenkonstanz wird in der Schwefelsäure meistens nicht zu erreichen sein. Deshalb begnügt man sich mit einem dreifachen oder je nach Abmachung mehrfachen Durchleiten. Nach beendeter Absorption werden die SO₂-Dämpfe in der Kali-Pipette entfernt.

4.) Sauerstoff.

Als Absorptionsflüssigkeit dient eine Lösung aus 3 Raumteilen 33 gew.ige Kalilauge, 1 Raumteil Pyrogallol-Lösung (1 Gewichtsteil in 5 Gewichtsteilen Wasser). Damit die Lösung nicht bereits beim Ansetzen durch den Luftsauerstoff vorzeitig verbraucht wird, muß beim Zuzischen sowohl die Kalilauge als die wässrige Pyrogallol-Lösung stark gekühlt werden (Einstellen in Eiswasser). Die Sauerstoffabsorption verläuft unterhalb 16° nur ganz langsam.

5.) Kohlenoxyd.

Absorptionsflüssigkeit: 200 g Kupferchlorür + 750 ccm Wasser + 250 g Ammoniumchlorid vermischt mit einem Drittel Raunteil A.-Wasser. Zur Absorption von Kohlenoxyd empfiehlt sich die Verwendung von mindestens 2 Pipetten, von denen die erste nur dazu dient, höhere Kohlenoxydgehalte zu absorbieren, während die zweite bei Kohlenoxydgehalten unter etwa 1 % verwendet werden wird. Beide Füllungen müssen häufig erneuert werden. In vielen Fällen ist es zweckmäßig, eine dritte Absorptionspipette anzuschließen, die mit 8-Naphthol (Zusammensetzung: 10 g Kupferoxyd u. 20 g 8-Naphthol, 10 ccm H_2O und 190 ccm konzentrierte H_2SO_4) gefüllt ist. Da sich das 8-Naphthol rasch erschöpft, darf das Gas, das absorbiert wird, höchstens noch 5 Vol.-% Kohlenoxyd enthalten.

6.) Wasserstoff.

Zur Verbrennung des Wasserstoffs wird das Verbrennungsröhrchen auf $275 - 290^\circ$ erhitzt. Zweckmäßig wird das Verbrennungsröhrchen mit einem Schutzkasten und Thermometer ausgerüstet, um die Temperatur genau einzuhalten. Nachdem der Wasserstoff bis zur Konstanz über das erhitzte Kupferoxyd geleitet ist, wird nach dem Abkühlen des Verbrennungsröhrchens auf Raumtemperatur (Wasserbrause) das Wasserstoffvolumen aus der Differenz zwischen Anfang- und Endvolumen bestimmt.

7.) Methan bzw. Methankohlenwasserstoffe.

Für die Verbrennung des Methans bzw. der Methankohlenwasserstoffe dient ebenfalls das mit Kupferoxyd gefüllte Verbrennungsröhrchen. Das Methan verbrennt bei heller Rotglut zu Kohlensäure und Wasserdampf.

Zur Ermittlung der Kohlenstoffzahl (C-Zahl) ist es erforderlich, die bei der Verbrennung entstehende Kohlensäure ebenfalls zu ermitteln. Zu diesem Zweck wird das Gas wiederholt durch das Verbrennungsröhrchen geleitet und die

entstandene Kohlensäure durch mehrfach wiederholte Absorption in der Kali-Flasche bestimmt. Ist die Kohlensäurebildung, d.h. die Verbrennung, beendet, so wird der Ofen mit der Wassertrappe auf die Ausgangstemperatur abgekühlt. Das Volumen an Methan bzw. an Methankohlenwasserstoffen ergibt sich dann aus der Volumenabnahme.

8.) Kohlenstoffzahl (C-Zahl).

Die C-Zahl gibt an, wieviel Kohlenstoff-Atome je Molekül in den verbrannten Kohlenwasserstoffen im Mittel enthalten sind. Sie wird ermittelt, indem man das bei der Methanverbrennung erhaltene Kohlensäurevolumen durch die gleichzeitig aufgetretene Volumenkontraktion dividiert.

9.) Stickstoff.

Der Gasrest wird als Stickstoff gerechnet.

Oberhausen-Holtten, den 31. Dez. 1937.

gez.: Hoelen.