

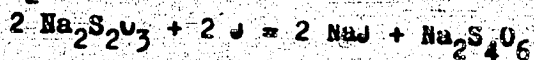
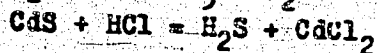
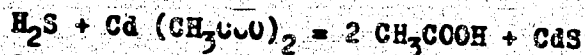
Bestimmung von Schwefelwasserstoff.

a) Qualitativer Nachweis.

Zum Nachweis selbst der geringsten Spuren von H_2S verwendet man essigsaure Bleiacetatlösung. Zweckmässig feuchtet man ein Stückchen Filtrierpapier mit essigsaurer Bleiacetatlösung an und lässt dagegen das zu prüfende Gas strömen. Bei Anwesenheit nur geringer Spuren H_2S tritt eine Bräunung ein, grössere Mengen von H_2S bilden dagegen einen schwarzen Spiegel von Bleisulfid.

b) Quantitative Bestimmung mit Cadmiacetat.

reaktionschema:



Es entsprechen also zwei Atomen Jod ein molekül H_2S

1 ccm n/10 Jodlösung = 1,7 mg H_2S = 1,12 N ccm.

Ausführung:

Das zu untersuchende Gas wird durch ein mit essigsaurer Cadmiacetatlösung (40 g $Cd (CH_3COO)_2$ in 900 ccm Wasser und 100 ccm Eisessig) beschickte Zehnkugelhöhre geleitet und dann mit einer Gasuhr gemessen. Sicherheits- halber schaltet man hinter das Zehnkugelhöhre noch eine Waschflasche mit Cd-acetat. Die Menge des durchzuleitenden Gases richtet sich nach der Menge des entstehenden CdS-Niederachlages.

Das CdS wird abfiltriert, mit essigsauem Wasser gewaschen und samt dem Filter in einem Schüttelzylinder oder Erlenmeyerschiffkolben von 250 oder 500 ccm gebracht. Hierzu fügt man 50,0 ccm n/10 Jodlösung, verdünnt mit Wasser auf 150 ccm und gibt 10 ccm conc. HCl hinzu. Dann schüttelt man solange bis der Niederschlag völlig gelöst ist und titriert das überschüssige Jod mit n/10 Natriumthiosulfatlösung unter Verwendung von Stärke als Indikator zurück.

Beispiel:

durchgeleitet 30 l. Gas

50,0 ccm n/10 Jodlösung (F = 0,990)

= 49,5 ccm n/10 Jodl.

zurücktitriert: 40,0 ccm $Na_2S_2O_3$ (F = 0,90)

= 36,0 " " $Na_2S_2O_3$

verbraucht also

13,5 ccm n/10 Jodl.

1 ccm Jod = 1,7 mg H_2S

13,5 " " = 23,0 " " in 30 l Gas.

Bestimmung des organisch gebundenen Schwefels.

(bzw. des Gesamtschwefels.)

Die Bestimmung des organischen Schwefels erfolgt in einem Verbrennungsapparat nach Feisst und Roelen. In diesem wird ein Gasstrom von 50 - 100 l/h mit etwa 400 l/h Luft verbrannt. Der im Gas enthaltene organische Schwefel wird zu SO₂ verbrannt und in der Waschflüssigkeit einer sehr verdünnten Na₂CO₃-Lösung (unter n/100), weiter zu SO₃ oxydiert.

Apparatur:

Die Apparatur setzt sich zusammen aus einem weiten Verbrennungsrohr V aus Jenaerglas, einem kleinen Kühler K, zwei Schottische Waschflaschen I u. II, der Luftwaschflasche III u. der Verbrennungsdüse D aus Quarzglas. Hinzu kommt noch eine Gasuhr, in der das zu untersuchende Gas gemessen wird u. eine Wasserstrahlpumpe, die einerseits die Verbrennungsgase durch die beiden Waschflaschen u. andererseits dadurch die Luft durch die Waschflasche III saugt.

Ausführung: Nachdem die frischgefüllte Gasuhr mit 100 bis 200 l zu untersuchenden Gases ausgespült und gesättigt ist und die beiden Waschflaschen I u. II u. das Verbrennungsrohr mit dest. Wasser gut ausgespült sind, kann die Bestimmung beginnen. Man füllt zunächst die Waschflasche wie folgt:

Waschflasche I:

bei einem S-Gehalt des Gases von	30	15	5	g S/100 m ³
zu 100 cm ³ dest. Wasser	20	10	3	cm ³ n/10 Na ₂ CO ₃

Waschflasche II:

bei einem S-Gehalt des Gases von	30	15	5	g S/100 m ³
zu 50 cm ³ dest. Wasser	10	5	2	cm ³ n/10 Na ₂ SO ₃

Zu diesen Lösungen gibt man noch ein paar Tropfen Bromphenolblaulösung die als Indikator dient und erkennen lässt, wenn bei unvorhergesehenen hohem S-Gehalt das vorgelegte Karbonat verbraucht ist.

Waschflasche III ist mit einer ganz verdünnten Na₂CO₃ alkalische K₄Fe(CN)₆-Lösung gefüllt und dient zur Reinigung der angesaugten Verbrennungsluft.

Sind diese Vorbereitungen getätigt und die Verbrennungsluft durch Anschliessen einer Wasserstrahlpumpe an Waschflasche II reguliert, so

drosselt man den brennenden Gasstrom an der Düse und stellt denselben nachdem die Düse eingeschoben ist, auf 100 l/h ein.

Nach erfolgter Verbrennung (100 l Gas) saugt man zum Abkühlen noch einige Zeit Luft durch den Apparat, spült dann das Verbrennungsrohr mehrmals mit dest. Wasser aus, vereinigt den Inhalt der Flaschen I u. II in einem 1 l Erlenneyerkolben und titriert mit n/10 HCl das überschüssige Na_2CO_3 zurück, wobei Bromphenolblau von violett in stahlblau umschlägt.

$$1 \text{ cm}^3 \text{ n/10 Na}_2\text{CO}_3 = 1,6 \text{ mg Schwefel}$$

Nach der Titration, welche nur einen annähernden Wert darstellt, wird die Lösung auf ein kleines Volumen (50 cm^3) eingedampft, filtriert, und nachdem man mit HCl angesäuert hat, heiss mit BaCl_2 gefällt. Nach einiger Zeit scheidet sich der evtl. im Gas vorhandene Schwefel als BaSO_4 ab und kann nach 4-5 stündigem Stehen durch Wägung bestimmt werden.

Berechnung: (erfolgt zweckmässig auf 100 m^3)

1. Titration.

Beispiel: 100 l verbrannt; $1,0 \text{ cm}^3$ n/10 Na_2CO_3 verbraucht.

$$\frac{1,6 \text{ mg S/100 l}}{1} = \frac{1,6 \text{ g S/100 cm}^3}{1}$$

2. Gravimetrische Bestimmung.

gefunden $11,6 \text{ mg BaSO}_4 \times 0,1373$ (Faktor) = $1,6 \text{ mg S/100 l}$

$$\frac{1,6 \text{ g S/100 m}^3}{1}$$

Qualitativer Nachweis von Harz^{test}bildnern in Gasen.

Harztestbildner in Gas zeigen beim Durchleiten durch Formalinschwefelsäure eine deutlich sichtbare Gelbfärbung.

Die Formalinschwefelsäure besteht aus:

10% Formalin (40%iges Formaldehyd HCHO)

90% konz. Schwefelsäure.

Ausführung: Man leitet durch ein ausgezogenes Glasröhrchen genau zwei Minuten das zu prüfende Gas in ein Reagenzglas ein, welches mit Formalin-Schwefelsäure gefüllt ist. Tritt Gelbfärbung ein, so sind Harzbildner vorhanden.