

Karlsruhe  
(5-a)

Vertraulich

**Betriebserfahrungen  
und Hinweise  
zum Alkazidverfahren**

Betriebserfahrungen und Hinweise  
zum Alkazidverfahren.

Eigentum des Ammoniakwerks Merseburg.  
Vervielfältigung nicht gestattet.

Betriebserfahrungen und Hinweise zum Alkazidverfahren.

Im folgenden sollen Betriebserfahrungen und Empfehlungen zusammengestellt werden, die eine wertvolle Hilfe für die Lizenznehmer sind. Es handelt sich dabei meist um Tatsachen, die für das Alkazidverfahren nicht spezifisch sind, sondern sich allgemein aus dem Betrieb von Anlagen dieser Art ergeben.

A. Transport und Lagerung von Alkazid-Laugen.

Die Waschflüssigkeit ist im Umgang vollkommen harmlos und ungefährlich. Sie ist nicht ätzend, nicht brennbar und normalerweise ungiftig. Jedoch empfiehlt es sich, wie bei jeder Salzlösung, die Haut nicht unnötig lange mit Alkazid-Lauge in Berührung zu bringen und sie nach der Berührung gut abzuspülen. Im Anfang kann die Lauge auch noch zuweilen geringe Mengen giftiger Substanzen enthalten, die sich aber nach kurzem Betrieb in der Apparatur verflüchtigen.

Die dabei entbundenen Gase können giftige Bestandteile enthalten. Es wird empfohlen, bei der Lagerung in geschlossenen Gefäßen:

1. extreme Temperaturen nach Möglichkeit zu vermeiden,
2. die Verschlüsse der Gefäße von Zeit zu Zeit vorsichtig zu lüften.

Sollte sich festes Salz abgeschieden haben, was durch Einführen eines Holzstabes in das Lagergefäß leicht festzustellen ist, so kann es entweder durch Erwärmen der Lauge, am besten mit Dampf, wieder in Lösung gebracht werden oder aber getrennt von der Lauge in Wasser gelöst werden, worauf man diese Lösung wieder mit der Lauge vereinigt. Auf die Notwendigkeit, die Gefäße nicht spundvoll zu machen usw., braucht wohl nicht hingewiesen zu werden.

Die Verdünnung der Lauge soll durch reines Kondenswasser geschehen.

Es ist vorteilhaft, mit Alkazid gefüllte Fässer, in denen nach starker Erwärmung Druck herrscht oder herrschen könnte, vor dem Öffnen abzukühlen, d.h. entweder über Nacht liegen zu lassen oder mit Wasser zu berieseln. Durch den verminderten Gasdruck wird die Möglichkeit, daß durch Entströmen von Gas Flüssigkeit mit herausgerissen wird, stark verringert.

*Bei lange liegende Alkazid-Laugen werden zweckmäßig vor dem Einfüllen in die Apparatur auf ihre Behälter gegen Aluminium - 2 - geprüft (vgl. S. 11). Ein starker geringerer Angriff kann durch Zusatz von Wasserglas leicht behoben werden.*

## B. Inbetriebnahme der Alkazid-Anlage.

1. Sämtliche Teile der Anlage sind vor der Inbetriebnahme auf vollkommene Dichtigkeit zu bringen.

Besonders bei Undichtigkeiten in den laugeführenden Leitungen und Apparaten können durch den Verlust von Lauge große Werte verloren gehen.

Beim Auswaschen von Schwefelwasserstoff muß die Apparatur auch wegen der großen Giftigkeit der Schwefelwasserstoffgase vollkommen gasdicht sein. (Vergl. hierzu die Tabelle über die Giftigkeit von Schwefelwasserstoff und die Kopie der in den Leunaer Schwefelwasserstoff-Betrieben ausgehängten Warnungstafel).

Es empfiehlt sich, zur Prüfung auf Dichtigkeit bzw. zum Nachdichten die Apparatur vor der Inbetriebnahme mit Wasser zur Probe zu fahren, hierbei stark umzupumpen und nötigenfalls wiederholt die Wasserfüllung zu erneuern, um allen Rost und Schmutz aus der Apparatur zu entfernen. Spätestens hierbei müssen die Verteilerböden in Waschturm (falls ein solcher verwendet wird) und Kolonne genau eingestellt werden. (Gleichmäßige Laugeverteilung ist die Voraussetzung für den Wascheffekt!).

Bestehen Teile der Apparatur aus Aluminium, so fügt man dem Wasser, zumindest dem der letzten Füllung, je cbm ein Liter Wasserglas zu, weil das Aluminium durch die Behandlung mit Wasserglas besonders korrosionsfest wird. Dabei pumpt man mit kalter oder höchstens 60°C warmer Flüssigkeit um. Hierzu darf nur Wasser verwendet werden, das gegen Aluminium nicht aggressiv ist. Am besten ist hierfür Kondenswasser geeignet. Werden nachträglich noch Aluminiumteile in die Apparatur eingebaut, so sind diese vor dem Einbau mit Wasserglaslösung zu behandeln, am besten durch mehrstündiges Eintauchen in 10%ige Lösung.

2. Das Einfüllen frischer oder regenerierter Lauge kann nach sorgfältigem Entleeren sämtlichen Wassers in die noch Luft enthaltende Apparatur erfolgen, wenn sämtliche Teile (Ausgaser, Wärmeaustauscher) kalt sind.

Man pumpt die Lauge zweckmäßig mit hoher Konzentration in die Apparatur, da sie sich durch das darin befindliche Wasser ohnehin verdünnt. Man läßt sie sodann solange in der Apparatur umlaufen, bis sämtliche Luft aus den laugeführenden Teilen verdrängt ist, was durch Entlüftung an geeigneten Stellen unterstützt wird.

Man füllt soviel Lauge ein, daß bei gefahrenem Kreislauf die Lauge in dem Ausgaser etwa handbreit über dem Röhrenaussgang des Kochers steht und im Waschturmsumpf bzw. in der Waschturmvorlage etwa die halbe Höhe vom Höchststand einnimmt.

Bei abgestelltem Kreislauf stellen sich höhere Laugestände ein, weil auf den Raschigringen des Waschturms und dem Ausgaser gewisse Laugemengen unterwegs sind. Die während des Betriebes auf den Raschigringen ausgebreiteten Laugemengen sind je nach den Betriebsbedingungen (Berieselungsdichten) verschieden und liegen z.B. bei 25 x 25 Ringen, ungefähr bei 35 - 75 Liter Alkaidlauge je cbm Ringe.

3. Beim Verdrängen von Gas aus der Apparatur ist zu beachten, daß regenerierte Lauge Kohlensäure begierig aufnimmt und mit Kohlensäure gesättigte kalte Lauge nach längerem Stehen und besonders bei Kälte festes Salz abscheiden kann.

Wenn nicht kohlenstofffreies oder kohlenstoffarmes Inertgas zur Verfügung steht, verfährt man z.B. so, daß man vor Einfüllen der Lauge den Waschturm mit Kohlensäuregas sauerstofffrei spült und hierauf die Kohlensäure mit irgend einem Reizgas verdrängt. Aus der Kolonne kann man die Luft auch mit Dampf verdrängen.

4. Steht der Ausgaser von einer früheren Betriebszeit her unter Kohlensäure oder Schwefelwasserstoff, so darf das Einpumpen von regenerierter Lauge nur dann erfolgen, wenn er hochgeheizt ist.

In die kalte Kolonne gepumpte regenerierte Lauge würde sehr schnell Kohlensäure und Schwefelwasserstoff aufnehmen, so daß Unterdrucke in den Gasleitungen für Abtreibergas entstehen und z.B. kleinere Gasometer eingesaugt werden könnten.

5. Das Hochheizen des Ausgasers vom Kocher aus soll langsam erfolgen; starke Schläge im Kocher sollen vermieden werden. Kommt der Dampf mit Aluminiumteilen der Apparatur in unmittelbare Berührung, so muß darauf geachtet werden, daß er mit Sicherheit frei von Alkalien und Quecksilber ist.
6. Wenn der Ausgaser auf die richtige Temperatur gekommen ist (im Sumpf etwa 100°), soll das Auskochen und Umpumpen der Lauge ohne Aufsättigung im Waschturm nicht unnötig lange fortgesetzt werden, weil die Lauge hierdurch immer schärfer abgetrieben wird und in diesem Zustand eher zu

Angriffen auf Metalle neigt als weniger scharf abgetriebene Lauge.

### C. Betrieb.

1. Die günstigsten Laugotemperaturen gemessen in der Frischlauge vor Eintritt in den Waschturm, sind im allgemeinen für die:

Schwefelwasserstoff-Auswaschung: 20 - 25° C.

Kohlensäure-Auswaschung: 25 - 55° C.

Es soll verhindert werden, daß die Laugen besonders bei hoher Dichte längere Zeit auf niedrige Temperaturen abgekühlt werden. Sie neigen unterhalb 20° C, besonders im nicht ausgegasten Zustand, zum Ausscheiden von Salzen.

2. Wie weit die Waschflüssigkeit zweckmäßig ausgegast wird, hängt von den jeweiligen Verhältnissen ab. Dies wird zweckmäßig vor Inbetriebnahme der Anlage mit den Sachberatern der I.G. Farbenindustrie oder der Baufirma vereinbart.
3. Von dem Dampf muß zur Aufrechterhaltung der Konzentration der Lauge ein Teil als direkter und der andere Teil als indirekter Dampf in den Laugekocher eingebracht werden. Bringt jedoch das zu waschende Gas Wasser mit, so ist es mitunter erforderlich, den direkten Dampf weitgehend zu verringern und durch indirekten zu ersetzen. Das gleiche ist der Fall, wenn durch die Kleinheit des Ausgasers (große relative Wärmeverluste) eine zu starke Kondensation in seinen oberen Teilen stattfindet.

Erfahrungsgemäß werden bei größeren Anlagen meist etwa 50 kg indirekter Dampf je m<sup>3</sup> Lauge benötigt; die Menge des direkten Dampfes schwankt, je nach dem gesamten Dampfaufwand, etwa zwischen 30 und 250 kg je m<sup>3</sup> Lauge.

Durch entsprechende Verteilung von direktem und indirektem Dampf bei dampfgeheiztem Kocher oder entsprechendem Rücklauf von Kondensat wird dafür gesorgt, daß die regenerierte Lauge ein möglichst konstantes spez. Gewicht aufweist. Man prüft das spez. Gewicht, indem man die regenerierte gekühlte Lauge spindelt.

Wird das spez. Gewicht der Lauge höher als 1.20 gehalten, so können sich aus gesättigten Laugen bei niedrigerer Temperatur Salze abscheiden, welche man aber durch "Verdünnfahren" und "Heißfahren" wieder ablösen kann.

Sind aus Aluminium oder Silumin bestehende Anlageteile vorhanden,

so besteht bei einem niedrigeren spez. Gewicht als 1.16 die Gefahr, daß die heißen Laugen diese Teile angreifen. Der Dampf für die direkte Heizung muß trocken sein und frei von Verunreinigungen, wie Kochsalz, Sulfat, u. dgl. Ist der Kocher aus Aluminium, so muß der Dampf völlig frei von Ätzalkalien sein.

4. Belastung des Ausgasers. Man muß sich ebenso wie in der Destillations-technik davor hüten, daß der Ausgaser überlastet wird, weil sonst ein plötzliches Überreißen ("Kotzen") eintritt, was meist zu Laugeverlusten führt.

Neu hergestellte Laugen zeigen gelegentlich kurze Zeit lang eine Neigung zum Schäumen. Wenn man das Schäumen durch schwächere Belastung der Apparatur nicht auf ein nicht störendes Maß zurückführen kann, so fügt man der Lauge am besten einige Male kleinere Mengen eines Gegen-schaummittels zu, z.B. Schaumbekämpfungsmittel "I", Leuna (z.B. 1 - 2 Liter je 10 m<sup>3</sup> Alkazidlauge), wodurch die Schaumneigung vollständig zum Verschwinden gebracht wird. Das Schäumen der frischen Laugen, wenn es überhaupt auftritt, läßt schnell nach und hört meistens nach einem Betriebstage schon ganz auf.

5. Es ist zweckmäßig, laufend Ablesungen vorzunehmen, etwa wie sie in den anliegenden Formularen der Alkazid-Entschwefelung in Leuna aufgeführt sind.
6. Von Zeit zu Zeit führt man zweckmäßig Laugeuntersuchungen wie im anliegenden Formular vorgezeichnet aus, um sich zu unterrichten über:
- a) Gasbeladung der Lauge,
  - b) Leistung des Ausgasers,
  - c) Beständigkeit der Lauge.

Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, jeden Monat eine Laugeprobe zur Aufbewahrung zurückzustellen, um jeder Zeit nachträglich interessierende Untersuchungen ausführen zu können.

7. Bestehen Apparaturenteile aus Aluminium, so empfiehlt es sich, in Abständen von einigen Tagen mit der Lauge Korrosionsproben im Laboratorium auszuführen.

Bei den geringsten Anzeichen für beginnende Al-Korrosion fügt man der Lauge Wasserglas zu. Die Maximalmenge, die man auf einmal zweckmäßig zusetzt, soll 300 g Natriumwasserglas (berechnet auf festes, wasserfreies Salz) pro cbm Laugeinsatz nicht übersteigen. Ist ein größerer Zusatz notwendig, so muß diese Menge öfters zugegeben werden. Das Wasserglas wendet man am vorteilhaftesten in Form der üblichen

käuflichen Lösung an (36 - 38°Bé. Dichte 1,33 - 1,35,  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1 : 3,2 - 3,3$ . Die Lösung ist 34,4%ig an  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ). Sie wird vor Zugabe zur Alkazidlauge auf das Zehnfache mit Wasser verdünnt. Beim Zusammenmischen der Lösungen muß stark gerührt bzw. umgepumpt werden. Wird der Zusatz zu der in der Apparatur umlaufenden Lauge gemacht, so gibt man den Wasserglaszusatz gleichmäßig verteilt über eine Zeit zu, während der der Laugeinsatz einmal umläuft.

Durch die Wasserglasbehandlung wird die Lauge in den nicht korrodierenden Zustand zurückgeführt. Falls sich nach dem Zusatz von Wasserglas nach dem Kochen der Lauge ein beachtlicher Niederschlag bildet, wird er zweckmäßig durch Filtrieren beseitigt. Die Bildung des Niederschlags beobachtet man leicht durch Abkochen einer Laugeprobe im Becherglas. Ferner vergewissert man sich sofort, ob die Lauge die richtige Konzentration aufweist und stellt diese gegebenenfalls schnellstens richtig.

Sollte nach der gegebenenfalls wiederholten Behandlung mit Wasserglas die Korrosion bei richtigem spezifischen Gewicht der Lauge (1,16 und höher) nicht verschwunden sein, so deutet dies darauf hin, daß die Lauge an irgend-einer Stelle des Ausgasers dauernd örtlich verdünnt wird. Örtliche Verdünnungen der Lauge können z.B. bei unsachgemäßer Einführung des direkten Dampfes in die Kolonne oder bei ungeeigneter Zurückführung des Kondensats in die Lauge auftreten. In diesem Falle müssen die Ursachen für die örtliche Laugeverdünnung aufgesucht und beseitigt werden.

8. Wenn Schwefelwasserstoff oder schwefelwasserstoffhaltige Kohlensäure ausgewaschen wird, muß beachtet werden, daß besonders die warme gesättigte Lauge mit Sauerstoff unter Bildung von Thiosulfat reagiert.

Da Thiosulfat in der Regenerierkolonne nicht wieder aufgespalten wird, geht das Aufnahmevermögen der Lauge in dem Maße, wie sich Thiosulfat bildet, zurück.

Es wurde wiederholt beobachtet, daß hoctourige Pumpen in der Saugseite Unterdruck zeigten und durch die Stopfbüchsen Luft einsaugten, so daß die Lauge durch Thiosulfatbildung geschädigt wurde.

In der Leuna-Alkazid-Anlage werden sämtliche von Pumpen auslaufenden Laugen in einem kleinen Behälter gesammelt, welcher von Stickstoffgas gespült wird. Anstatt Stickstoff kann man auch andere sauerstofffreie Gase wie z.B. Wassergas verwenden.

9. Für eine bestimmte Waschung ausgewählte Laugen dürfen nicht ohne weiteres für eine andere Art von Waschung benutzt werden, weil verschiedene



Alkazidlaugen verschiedene Eigenschaften haben und überdies von bestimmten Gasbestandteilen geschädigt werden können.

Wenn der Sättigungswert der Lauge, d.h. die Charakteristik für das Aufnahmevermögen der Lauge zurückgeht, so hat man zu prüfen, ob Sauerstoff oder vorher nicht bekannte Gasbestandteile als Ursache in Frage kommen können. Nötigenfalls steht der Lizenzgeber bei der Aufklärung und zur Beratung zur Verfügung.

10. Beobachtet man, daß trotz vorschriftsmäßiger Beschaffenheit und Regeneration der Lauge bei Verwendung eines Waschturms eine schlechte Gasbeladung statt hat, so ist wahrscheinlich die Ursache hierfür eine schlechte Verteilung der Lauge über die Raschigringe.

In diesem Fall muß man nachprüfen, ob der Verteilerboden vorschriftsmäßig arbeitet und ob der Waschturm genügend mit Lauge belastet ist.

11. Zum Schutz der Pumpen sind in den Anlagen Siebtöpfe eingebaut. Sie sollen verhindern, daß die Pumpen durch mitgerissene feste Körper beschädigt werden. Es ist erforderlich, die Siebtöpfe von Zeit zu Zeit zu reinigen, um der Lauge wieder freien Durchgang zu gewähren. Dies ist vor allem nötig für den Siebtopf, welcher der Heißpumpe vorgeschaltet ist.

Die Heißpumpe hat die Aufgabe, eine dicht am Siedepunkt befindliche Flüssigkeit zu befördern. Bildet sich in der Pumpe durch ungenügenden Zulauf der Alkazidlauge Unterdruck, so kommt die Lauge ins Sieden. Durch Entwicklung und Zerstörung von Dampfblasen findet meist ein starker Angriff des Metalls statt. (Der Vorgang macht sich durch das Knattern in den Heißpumpen auch von außen bemerkbar). Es ist deshalb sehr wichtig, daß der bei der Konstruktion der Anlage vorgesehene Zulaufdruck für die Pumpe der Heißlauge nicht verringert wird durch Verstopfung des Siebtopfes oder andere Hindernisse.

12. Werden aus Aluminium gefertigte Apparate und Leitungen verwendet, so muß Quecksilber peinlichst von der Anlage und der Lauge ferngehalten werden. Besonders Sorge man dafür, daß Quecksilber auch nicht auf Umwegen, z.B. etwa beim Durchschlagen eines mit Quecksilber gefüllten Meß-U-Rohres in den Dampf und damit in die Lauge geraten kann. Man verwendet in diesem Falle z.B. als Manometer-Füllung Tetrachlorkohlenstoff, anstelle von Quecksilber-Thermometern solche mit Anilinfüllung usw.

### Reaktion von FeS mit Luft.

Im Zusammenhang mit Schwefelwasserstoffanlagen ist auf die bekannte Tatsache hinzuweisen, daß FeS mit Spuren Sauerstoff reagiert unter Bildung von Eisenoxyd und Schwefel. In trockenem Zustand geht dieser Vorgang mit großer Geschwindigkeit und unter Umständen starker Wärmeentwicklung vor sich, der ein Glühen der Masse und Entzünden des Schwefels zur Folge haben kann. Da sich in den Anlagen auf dem Eisen oberflächlich eine dünne Schicht von FeS bildet und sich in manchen Anlageteilen der in geringer Menge in der Lauge suspendierte FeS-Schlamm absetzen kann, ist auf diese Tatsache Rücksicht zu nehmen. Luftzutritt wirkt sich also in einer für Schwefelwasserstoffreinigung in Betrieb gewesenen Apparatur wie folgt aus:

Der lose FeS-Schlamm und der unter Umständen gebildete dünne FeS-Belag auf dem Eisen geht im Maße des Sauerstoffzutritts in S und Eisenoxyd über unter Volumenveränderung. Es entsteht deshalb eine lockere Schicht von Eisenoxyd auf dem Eisen. Nach Inbetriebnahme wird diese durch den Schwefelwasserstoff rasch wieder in FeS überführt, das nun nicht festhaftet, sondern als Schlamm von der Lauge abgespült wird. Auf dem Eisen bildet sich dann wieder eine neue dünne Sulfidschicht. Auf diese Weise geht eine, wenn auch geringe Abtragung des Eisens unter Schlamm bildung vor sich. Diesen Vorgang muß man in Rechnung setzen und das Öffnen der Apparaturen bezw. den Luftzutritt nur dann und solange zulassen, als es im Interesse der Anlage wichtig erscheint.

Es braucht wohl nicht besonders darauf hingewiesen zu werden, daß das Stehenlassen der Apparaturen mit Luftfüllung besonders in nassem Zustand ein Rosten bewirkt und auch hierdurch ein stärkerer Materialangriff eintritt.

#### D. Abstellung.

1. Um zu verhindern, daß sich beim Stehen und Abkühlen von gesättigter Lauge in den Leitungen und Apparateilen Salze ausscheiden, muß man nach jeder Abstellung des Waschturms die Lauge noch solange im Kreislauf fahren und regenerieren, bis sämtliche Lauge in normaler Weise ausgegast ist.
2. Nach Abstellungen muß man beachten, daß beim Abkühlen der Leitung für direkten Dampf Lauge durch geringe Undichtigkeit im Absperrschieber in die Dampfleitung zurückgesaugt werden kann.  
Am besten legt man vor das Einblaserohr für direkten Dampf 2 Dampfschieber mit einer Entwässerung zwischen den Schiebern, welche man öffnet, so bald die Zufuhr von Dampf eingestellt wird.
3. Zur Durchführung von Reparaturen kann man die Lauge meist in den Waschturmsumpf oder in die Kolonne als Vorratsbehälter entleeren.

#### E. Untersuchungsmethoden für Alkazidlaugen.

1. Normalregeneration. (Auskochung der Lauge im Laboratorium).

100 ccm der zu untersuchenden Lösung werden durch Einleiten von  $\text{CO}_2$  gesättigt und in ein 600 ccm-Becherglas (normale, niedere Form) gebracht, in das man Bimsteinstücke von 3 - 5 mm Korngröße gibt. Sodann wird die Lösung auf einem Asbestdrahtnetz über der Bunsenflamme  $\frac{1}{2}$  Stunde in starkem Kochen gehalten. Nach dem Abkühlen wird die Lösung von den Siedesteinen abgegossen und das Becherglas und die Steine mit etwas destilliertem Wasser gespült, das man dann zur Lösung gibt. Sie wird durch Zufügen von destilliertem Wasser vollends auf 1,200 bezw. auf das spezifische Gewicht eingestellt, das für die Untersuchung benötigt wird. Die Dichtemessung geschieht bei  $20^\circ\text{C}$ . Man muß dazu Spindeln benutzen, die man auf ihre Zuverlässigkeit genau geprüft hat, da die gewöhnlichen käuflichen Spindeln oft große Differenzen aufweisen.

Bei exakten Vergleichen ist es nötig, daß die Gaswerte stets annähernd die gleichen sind. Denn der Gehalt an absorbierten Gasen, besonders Kohlensäure, verändert die Dichte deutlich in dem Sinne, daß sie mit steigendem Gasgehalt zunimmt.

2. Gaswerte (Gasinhalt der Laugen).

Hierbei unterscheidet man "Blindwert", "Absorptionswert" und "Sättigungswert". Der "Blindwert" ist der Gasinhalt der Lauge in regeneriertem Zustand. Der "Absorptionswert" gibt laboratoriumsmäßig die Größe der Absorptionsfähigkeit der Lauge an und ergibt sich aus

dem Verhalten der Alkazidlösung gegenüber reiner Kohlensäure. Unter "Sättigungswert" versteht man den gesamten Gasinhalt der Lauge in gesättigtem Zustand. Er ergibt sich somit durch Addition des Blindwertes und Absorptionswertes.

Es wird meist nur der Blindwert und Absorptionswert experimentell ermittelt. Die Bestimmung von Gaswert und Sättigungswert geschieht durch Behandeln der Laugen mit Säure und Austreiben der absorbierten Gase, während der Absorptionswert eine direkte Bestimmung des Aufnahmevermögens von Lauge für Kohlensäure darstellt.

Der Gaswert gibt an, wieviel Raumteile gasförmige Säuren ( $H_2S$ ,  $CO_2$ ) in einem Raumteil Lösung enthalten sind.

$$\text{Gaswert} = \frac{\text{Vol. Gas}}{\text{Vol. Lauge}}$$

Die Bestimmung der Gaswerte (Gasinhalte) der Betriebslaugen im regenerierten und gesättigten Zustand, wie sie in der Anlage anfallen, ist der Kernpunkt der Laugeuntersuchung und -überwachung. Sie geht folgendermaßen vor sich:

#### Bestimmung des Gaswertes.

Prinzip: Eine gemessene Lösungsmenge wird mit einem Überschuß an Säure geschüttelt und das dabei frei werdende Volumen an  $CO_2$  und  $H_2S$  gemessen. Es wird empfohlen, die aus der beigefügten Abbildung 1 hervorgehende Apparatur zu verwenden.

Ausführung: Je nach Größe des Gaswertes werden eine bestimmte Anzahl von ccm, meist 5, in den Außenraum der Flasche F gegeben und 10 ccm destilliertes Wasser zum Abspülen und Verdünnen zugefügt.

In das innere Einsatzrohr der Flasche füllt man 10 ccm 50%ige  $H_2SO_4$ , stellt die Verbindung mit der Apparatur her durch Aufsetzen des Gummistopfens mit Schlauch und setzt die Flasche in ein Wasserbad von Zimmertemperatur. Es muß dabei sorgfältig darauf geachtet werden, daß nichts von der Säure zu der Lauge im äusseren Raume der Flasche tritt.

Nach drei Minuten hat die dünnwandige Flasche F und ihr Gasraum die Temperatur des Bades angenommen. Nun wird bei offenem Hahne  $H_1$  und  $H_2$  durch Heben des Niveaugefäßes N in der Meßröhre M das Niveau auf Null gestellt, wobei es sich in dem Rohr  $R_2$  in der gleichen Höhe einstellt. Jetzt wird  $H_1$  geschlossen und die Flasche F geschüttelt. Sofort entwickelt sich das Gas, das den Flüssigkeitsspiegel in M nach unten drückt. Nach kurzem Schütteln (etwa  $\frac{1}{2}$  Minute) ist die Gasentwicklung beendet. Die Flasche F wird nun 3 Minuten im Bade temperiert, worauf

nach Gleichstellung der Spiogol  $B_2$  und M durch die Nivocauflasche N das entwickelte Gasvolumen in M abgelesen wird. Die Division dieses Volumens durch das angewandte Lösungsvolumen ergibt den Gaswert.

Die Anbringung von Korrekturen aus Barometerstand und Temperatur erübrigen sich im allgemeinen beim Arbeiten im Laboratorium, da sie im allgemeinen kleiner sind, als die Genauigkeit der Methode.

### 3. Bestimmung des Absorptionswertes.

Der Absorptionswert ist ein Maß für die Menge an gasförmigen Säuren, die eine Lösung (etwa unter Betriebsbedingungen) aufzunehmen in der Lage ist.

Indem man für M-Lauge die kurze Zeit von 2 Minuten, für Dik-Lauge 5 Minuten wählt, erhält man eine ungefähre Parallele zu der nutzbaren Beladbarkeit der Lauge bei der Gaswaschung im Waschturm.

Die Lösung wird mit 100%igem  $CO_2$  geschüttelt und das absorbierte Volumen bestimmt. Die Einzelheiten der Apparatur gehen aus der Abbildung 2 hervor. In die 100 ccm fassende Flasche F aus Glas oder Aluminium werden je nach Absorptionsvermögen 5 oder 10 ccm der zu untersuchenden nach 1.) ausgekochten Lösung gegeben und 10 Glasperlen der üblichen Größe (5 - 6 mm Durchmesser) eingefüllt. Diese haben den Zweck, Zähigkeitsunterschiede zwischen den einzelnen Lösungen auszugleichen und ein gleichmäßiges Schütteln der Lösung zu bewirken. Die Flasche wird nun durch einen Gummistopfen mit Durchbohrung und Vakuumschlauchzueinleitung verschlossen. Durch eine Spiraldrahtklammer wird der Stopfen auf der Flasche festgehalten, die auf eine Schüttelvorrichtung montiert wird. Deren Dimensionen gehen aus der Abbildung 2 hervor. Die Schüttelvorrichtung wird durch einen Elektromotor mit 270 Auf- und Abbewegungen pro Minute bewegt. Um die Flasche F zu evakuieren, wird eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen. Nach beendigem Evakuieren schließt man die Flasche durch Umstellen des Dreivegehahnes  $H_1$  ab und spült die Leitung bis zum Hahne  $H_2$  mit gasförmigem  $CO_2$  aus der Bombe aus. Nun wird das Meßgefäß M unter gleichem Niveau in N und M mit 600 ccm  $CO_2$  gefüllt.

Die Schüttelmaschine wird durch Einschalten des Elektromotors auf 270 Touren pro Minute gebracht und durch Umstellen der Hähne  $H_1$  und  $H_2$  Kohlensäure in die Flasche ~~lassen~~ gelassen. Sofort steigt die Sperr-

flüssigkeit im Gefäße M hoch. Man hebt die auf einer Stativstange leicht bewegliche Flasche N so hoch, daß in N und M dauernd gleiches Niveau ist. Nach 2 bzw. 5 Minuten Schütteln schließt man M ab und stellt das verschwundene Volumen fest. Nach Abzug des Leerraumes der Flasche (Inhalt nach Aufsetzen des Stopfens minus Volumen der eingefüllten Lösung und der Glasperlen) ergibt sich das durch Absorption verschwundene Gasvolumen. Dieses durch die angewandten ccm Lösung dividiert, ergibt den Absorptionswert.

#### 4. Korrosionsprobe.

Zur Prüfung dient ein Metallstück, das mit einer Nummer oder einem anderen Kennzeichen versehen ist. Die Kanten des Bleches werden zweckmäßig durch Feilen leicht geglättet, um die beim Schnitten entstandenen Grate zu entfernen. Die Probe wird vor und nach dem Versuch genau gewogen. Da nach längerer Versuchsdauer sich öfter Krusten und dergl. bilden, werden die Proben nach dem Versuch zuerst mit destilliertem Wasser kalt gewaschen und dann kurz gekocht. Nachdem die Stücke nötigenfalls mit einer weichen Bürste mechanisch gesäubert wurden, sind sie zur Wägung fertig.

Die Korrosion wird nach der Gewichtsabnahme der Bleche und dem Aussehen der Proben beurteilt.

#### Ausführung der Korrosionsprobe.

Ein 500 ccm-Rundkolben, der einen Rückflußkühler trägt, wird mit 100 ccm Lösung versetzt, in welche das zu prüfende Stück gelegt wird. Der Kolben wird in ein auf 130°C gehaltenes Ölbad gesetzt und drei Tage erhitzt. Die sich verflüchtigen Wasserdämpfe kondensieren bei genügend großem Rückflußkühler vollkommen und kommen wieder in die Lösung zurück, so daß das spez. Gewicht der Lösung stets konstant bleibt.

Es muß dafür gesorgt werden, daß keine Luft durch den Kühler oben eintritt, in den Kolben gelangt und der Sauerstoff einen Angriff durch die Lösung vortäuscht. Man muß die Apparatur deshalb gegen Luft abschließen, am besten durch eine Tauchung und Überleiten eines langsamen Stickstoffstromes.

5. Bestimmung des Thiosulfat-S in Alkazid-Laugen.

Mindestens 5 ccm der <sup>+) zu untersuchenden Lösung werden in einen 500 ccm-Meßkolben gebracht, in welchem sich 100 ccm 5%ige Cadmiumacetat-Lösung und 10 ccm Essigsäure 1 : 1 befinden. Spitze der Pipette in die Flüssigkeit eintauchen lassen! Man schüttelt kräftig bis keine Kohlensäure mehr entweicht, füllt sofort mit destilliertem Wasser bis zur Marke auf und filtriert sofort einen Teil der Lösung durch ein trockenes Filter in einen trockenen Erlenmeyerkolben. 100 ccm werden mit  $\frac{n}{100}$  oder  $\frac{n}{10}$  Jodlösung unter Zusatz von Stärkelösung titriert.</sup>

Der Jodverbrauch x Faktor ergibt = g/l Gesamt-S in Thiosulfat.

Der Faktor ist bei  $\frac{n}{100} = 0,64$

Der Faktor ist bei  $\frac{n}{10} = 6,4$

<sup>+) Soviel Lösung anwenden, daß mindestens 10 ccm  $\frac{n}{10}$  oder  $\frac{n}{100}$  Jod verbraucht wird.</sup>

6. Bestimmungen von H<sub>2</sub>S und CO<sub>2</sub> in Alkazidlaugen.

a) H<sub>2</sub>S.

Eine 2 ccm der zu untersuchenden Lösung entsprechende Menge wird in 5%ige essigsäure Cadmiumacetatlösung eingetragen, kurz aufgeköcht und filtriert. Der Niederschlag wird ausgewaschen und das Filter in einen mit eingeschliffenem Stopfen verschließbaren Erlenmeyerkolben gebracht, welcher 50 ccm mit Essigsäure angesäuerte  $\frac{n}{10}$  Jodlösung enthält. Nach etwa 10 Minuten wird die überschüssige Jodlösung mit  $\frac{n}{10}$  Natriumthiosulfat zurücktitriert.

$$\begin{aligned} 1 \text{ ccm } \frac{n}{10} \text{ Jodlösung} &= 1,7 \text{ mg} = 1,12 \text{ ccm H}_2\text{S } 0^\circ 760 \text{ mm.} \\ &= 1,22 \text{ ccm H}_2\text{S } 15^\circ 735 \text{ mm.} \end{aligned}$$

Bezeichnet man die verbrauchte  $\frac{n}{10}$  Jodlösung als x und berücksichtigt die angewandten 2 ccm, so errechnet sich der Faktor:

$$\frac{1,12}{2} \cdot X = 0,56 \cdot X = \text{ccm/ccm oder } 1 \text{ H}_2\text{S/l Lösung.}$$

b) CO<sub>2</sub>.

Kohlensäurebestimmungen werden als Differenz des H<sub>2</sub>S-Gehaltes zum Gesamtgas-Gehalt ermittelt.

# Warnung vor Schwefelwasserstoff

Es sind außerordentlich giftiges Gas, das eingatmet sehr rasch zu den schwersten Vergiftungsercheinungen führt. Der Geruch riecht nach faulen Eiern und ist in diesem Falle kaum giftig. Der Geruch kann jedoch auf unachtsame Arbeiter hinweisen.

Die Arbeiter müssen sich durch den Geruch nicht mehr wahrnehmen werden und ist daher besonders gefährlich!

Die Symptome sind: Schwindel, Kopfschmerzen, Erbrechen, Brustbeklemmung, Bewußtlosigkeit.

Die ersten Maßnahmen sind: Schwefelwasserstoffwergiftung.

1. Gasabstrichgerät anlegen und

2. Bei Bewußtlosigkeit mit Sauerstoffgas versorgen! (Der Helfer soll möglichst Sauerstoffflasche oder Sauerstoffmaske benutzen)

a) ohne jeden Zeitverlust künstliche

b) sofortige Einbringung von Sauerstoff

3. Feuerwache (Auf-Nr. 333) und Arzt (Hilfsstation) verständigen

Die Kennzeichnung von Schwefelwasserstoff

Ein gelbes Band und das Zeichen „H<sub>2</sub>S“ oder gelber

Wasserkohlensäure bei Arbeiten im Schwefelwasserstoff

Die Gefahr besteht darin, daß die Arbeiter, die durch Wind

aus der Anlage, die Schwefelwasserstoff enthalten, dem

Betriebs-Überwachungs-Gasmaske mit gelb-rot, gelb-blauem oder gelb-

auslegen, wenn Schwefelwasserstoff-Geruch bemerkt wird. Bei Ausströmen größerer

Luftmengen oder Sauerstoffgeräte zu benutzen, denn nur diese bieten unbedingten

Andere Arbeiten an H<sub>2</sub>S-Apparaten oder -Rohrleitungen dürfen nur auf ausdrückliche

genommen werden. Dabei ist nur das auszuführen, was der Meister anordnet hat.

Bei diesen Arbeiten stets Pressluftmasken oder Sauerstoffgeräte benutzen und deren

Sauerstoffgerät ausgerüsteten Feuerwehrrmann übermachen lassen!

Die ausgebauten Teile von Apparaten oder Rohrleitungen enthalten oft Schwefelwasserstoff entwickelnde

Substanzen. Die Betriebsstellen

Seuna Weste, den 1. Oktober 1935.



# Alkacid - Waschanlage

Datum: \_\_\_\_\_

Zeit	Mengen, Analysen, Drucke und Temperaturen										Laugeanfall im Tropfenfänger							
	Lauge		Dampf t/h		Aus-treiber gas		H <sub>2</sub> S in gS/m <sup>3</sup>		Drucke				Temperaturen °C		Lauge-Verbr.		Laugeanfall	
	Spez. Gewicht bei 20°C	m <sup>3</sup> /h	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser			Wasser	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser	Wasser
6 <sup>00</sup>																		
7 <sup>00</sup>																		
8 <sup>00</sup>																		
9 <sup>00</sup>																		
10 <sup>00</sup>																		
11 <sup>00</sup>																		
12 <sup>00</sup>																		
13 <sup>00</sup>																		
14 <sup>00</sup>																		
15 <sup>00</sup>																		
16 <sup>00</sup>																		
17 <sup>00</sup>																		
18 <sup>00</sup>																		
19 <sup>00</sup>																		
20 <sup>00</sup>																		
21 <sup>00</sup>																		
22 <sup>00</sup>																		
23 <sup>00</sup>																		
24 <sup>00</sup>																		
1 <sup>00</sup>																		
2 <sup>00</sup>																		
3 <sup>00</sup>																		
4 <sup>00</sup>																		
5 <sup>00</sup>																		

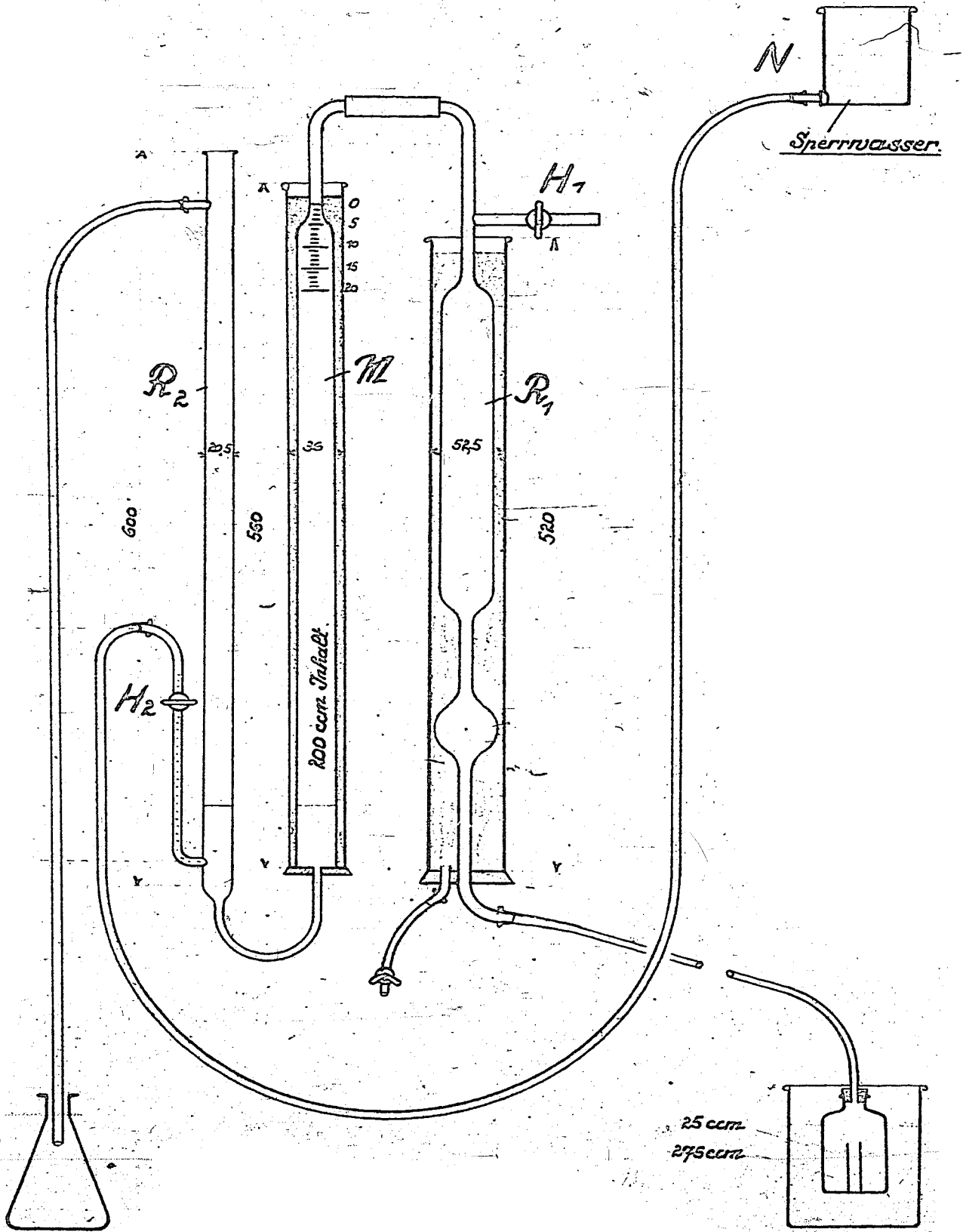
Tagesmengen	
Gas	m <sup>3</sup>
Austreibergas	m <sup>3</sup>
Lauge	m <sup>3</sup>
Dampf	t

Tagesmittelwerte	
H <sub>2</sub> S in Rohgas	gS/m <sup>3</sup>
H <sub>2</sub> S im Reingas	gS/m <sup>3</sup>
(CO <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> S) im Rohgas	%
(CO <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> S) im Reingas	%

Wassereähler um 10 <sup>00</sup> morgens	HD-Wasser
Unterschriften	ND-Wasser
	Frühschicht
	Mittagschicht
	Nachtschicht



Apparatur zur Bestimmung der Gaswerte u. Sättigungswerte.



*Apparatur zur Bestimmung des Absorptionswertes.*

