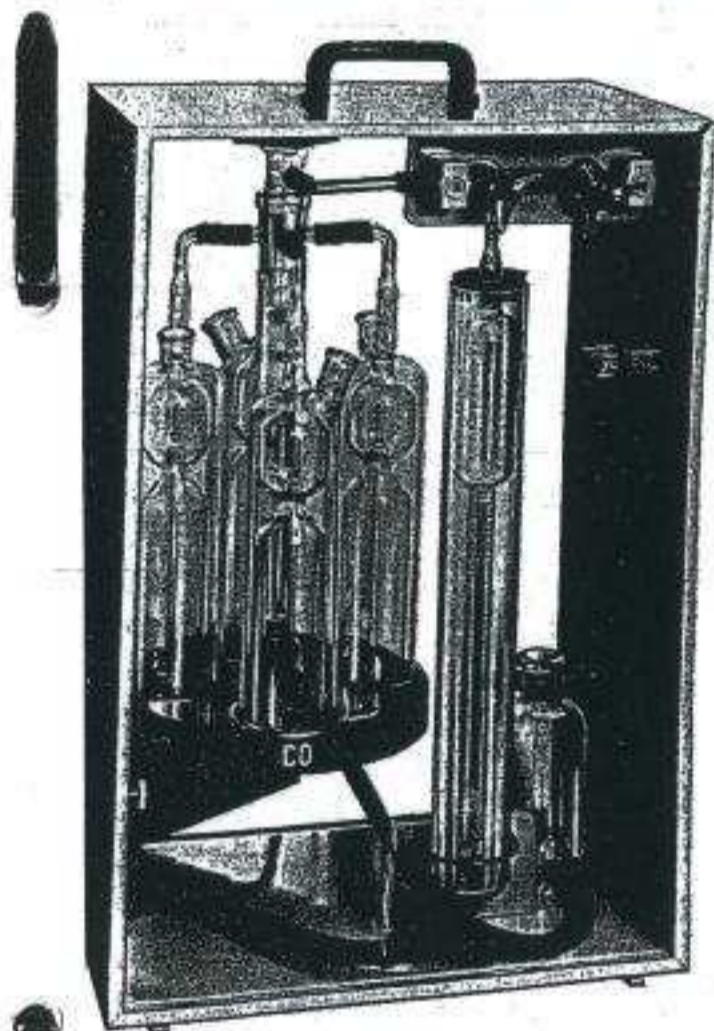


Gas Analysen Geräte



GAG 110

Absorptionsfolge in
Karussellanordnung

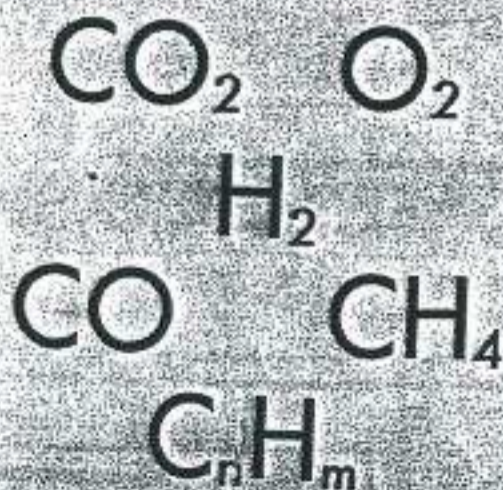
Konstantes, geringes Totvolumen

Einfaches Auswechseln der
Absorptionsgefäße

Fehlschaltungen ausgeschlossen

Absorptionsgefäße mit
doppelter Waschwirkung

Kompaktbauweise



GASANALYSEGERÄT - GAG - 120

S I C H E R H E I T S H I N W E I S !

Faul- und Biogase enthalten hohe Methananteile.
Bei der Verbrennung im Sauerstoffstrom können diese explosionsartig
verbrennen.

Um diese Unfallgefahr zu vermeiden, ist es notwendig nur einen
kleinen Teil der zu messenden Restgasmenge auf ihren Methangehalt
zu untersuchen.

Bei Gasproben unbekannter Zusammensetzung ist sicherheitshalber
zur Vorbeugung gegen Unfälle eine Schutzbrille und entsprechende
Sicherheitskleidung zu tragen.

GASANALYSEGERÄT - GAG - 120

Allgemeines

Der Gasanalysenapparat GAG 120 ist mit 6 Absorptionsgefäßen (DBGM) mit doppelter Waschwirkung ausgestattet. Die Bauart dieser Absorptionsgefäße bewirkt, daß das Gas sowohl bei der Einleitung als auch bei der Rückführung die Absorptionslösung in kleinen Bläschen durchströmt und somit eine schnelle Absorption des Gases erzielt wird.

Die Gefäße sind in dem Gehäuse des GAG 120 auf einem drehbaren Teller so angeordnet, daß durch ein einfaches Drehen das jeweils gewünschte Absorptionsgefäß mit der Meßbürette verbunden wird. In dieser Anordnung entfallen die leicht verschmutzenden und klebenden Hahnverbindungen, was die Handhabung des Gerätes wesentlich vereinfacht. Außerdem ergeben sich immer gleiche Totvolumina zwischen Absorptionsgefäß und Bürette.

Die Absorptionsgefäße selbst sind nur mit einer leicht abnehmbaren Gummisteckverbindung an das System angeschlossen. Sie können jederzeit zur Reinigung und Neufüllung herausgenommen werden. Die Meßbürette mit einem Inhalt von 100 ml ist mit einer Graduierung von 0 - 100 % in 1/5 versehen.

Zur Bestimmung von Methan und Wasserstoff ist zwischen der Bürette und den Absorptionsgefäßen eine Verbrennungskapillare angebracht, deren Heizspirale über einen Transformator mit Regelwiderstand erhitzt werden kann.

Vorbereitung für die Analyse

Den Bürettenmantel füllt man mit destilliertem Wasser, nachdem hierfür der obere Gummistopfen am Bürettenmantel abgehoben wurde. Die Niveauflasche wird mit einer Sperrwasserlösung (22 Gewichtsteile NaCl und 78 Gewichtsteile destilliertes Wasser) gefüllt. Um sicher zu sein, daß diese beim Gebrauch nicht durch evtl. mitgerissene Kalilauge alkalisch wird, gibt man ca. 1 ml H₂SO₄ und Methylrot oder Methylorange zur intensiven Färbung hinzu.

Die Absorptionsgefäße werden in der nachstehenden Reihenfolge mit den entsprechenden Absorptionslösungen durch den Tubus bis zur Markierung gefüllt.

Es ist zweckmäßig, die Gefäße hierfür aus Ihren Halterungen herauszunehmen. Nach dem Füllen werden die Einfüllstutzen mit Gummistopfen und Scheiblerblasen verschlossen, um ein Eindringen von Luft zu verhindern. Die Absorptionsgefäße werden wieder an ihren Platz auf den Drehteller gebracht und die Verbindungen hergestellt.

Gefäß 1 zur Absorption von CO₂

Man verwendet gebrauchsfertige Kalilauge zur Gasanalyse (ca. 50 %) oder es werden 200 g Kaliumhydroxid in 400 g destilliertem Wasser gelöst.

Gefäß 2 zur Absorption von C_nH_m

Man füllt rauchende Schwefelsäure (20 - 25 % SO₃) bis zur Marke am Absorptionsgefäß.

Gefäß 3 zur Absorption von O₂

Es wird gebrauchsfertige O₂-Absorbens- oder Pyrogallollösungen (Mischverhältnis 1 Volumenteil 25 %ige Pyrogallollösung mit 5 Volumen-Teilen Kalilauge 1 : 2) verwandt.

Gefäß 4 und 5 zur Absorption von CO

Man verwendet CO-Absorbens oder ammoniakalische Kupferchloridlösung. Für letztere werden 200 g CuCl in einer Lösung von 250 g NH₄ Cl und 750 g destilliertem Wasser gelöst. Davon werden 3 Volumenteile mit 1 Volumenteil NH₄OH (spez. Gewicht 0,910) versetzt und gefiltert. In die gebrauchsfertige Lösung werden noch einige blanke Kupferspiralen eingelegt.

Gefäß 6

dient bei der Verbrennung von H₂ und CH₄ als Ausgleichsgefäß und wird mit Sperrwasser gefüllt. Diese Sperrwasserlösung wird auch zur Füllung der Niveauflasche verwandt.

Um die Luft aus den einzelnen Absorptionsgefäßen zu entfernen, werden der Bürettenhahn und der Gaseinleitungshahn geöffnet und die Bürette durch Anheben der Niveauflasche mit Sperrwasser gefüllt. Danach wird der Bürettenhahn so gedreht, daß das erste Absorptionsgefäß mit der Bürette verbunden ist. Beim erstmaligen Entlüften ist es notwendig, die Scheiblerblasen abzunehmen. Mit dem Absenken der Niveauflasche wird jetzt die Luft aus dem Absorptionsgefäß gesaugt, bis die Absorptionsflüssigkeit das Ventil in dem Gefäß schließt. Der Bürettenhahn wird nun wieder nach außen geöffnet und dieser Vorgang für jedes Absorptionsgefäß wiederholt. Danach wird die Bürette erneut mit Sperrwasser gefüllt und der Bürettenhahn geschlossen.

Vor einer Analyse überzeugt man sich noch von dem einwandfreien Funktionieren der Verbrennungskapillare, indem man den Transformator einschaltet und den Drehwiderstand so einreguliert, daß die Spirale dunkelrot glüht.

Durchführung der Analysen

Der Gaseinleitungshahn und der Bürettenhahn werden so gestellt, daß eine durchgehende Verbindung von dem Probennahmerohr zur Bürette besteht. Durch Senken der Niveauflasche wird die Bürette mit der Gasprobe gefüllt. Um eine vollständige Entfernung der Luft auch aus der Ansaugleitung zu erreichen, wird das eingesaugte Gas noch einmal über den Gaseinleitungshahn herausgedrückt und erneut die Gasprobe eingesaugt. Dieser Vorgang ist je nach Länge der Ansaugleitung zu wiederholen.

Man füllt die Bürette bis ca. 2 cm unter dem Nullstrich mit der Gasprobe, schließt den Bürettenhahn und wartet ca. 1 Minute, bis das an der Wandung der Bürette haftende Sperrwasser abgelaufen ist. Der Schlauch an der Niveauflasche wird mit den Fingern abgeklemmt und die Niveauflasche unten abgestellt. Durch vorsichtiges Lockern der Schlauchklemmung läßt man das Sperrwasser genau bis zur Nullmarke der Bürette ansteigen, öffnet dann kurz den Bürettenhahn zum Gaseintritt hin, damit der Überdruck aus der Bürette entweichen kann, und schließt den Bürettenhahn wieder. Der Nullpunkt wird nochmals kontrolliert.

Auch bei allen nachfolgenden Messungen ist stets darauf zu achten, daß man eine gewisse Zeit bis zum Abfließen des Sperrwassers wartet und Bürette und Niveauflasche exakt auf gleiches Niveau bringt, um möglichst genaue Ergebnisse zu erreichen.

Nun wird das CO₂-Absorptionsgefäß durch Drehen des Tellers in die Frontstellung gebracht, der Bürettenhahn zum Absorptionsgefäß hin geöffnet und die Gasprobe durch Anheben der Niveauflasche vollständig aus der Bürette in das Absorptionsgefäß gedrückt. Durch Absenken der Niveauflasche wird das Testgas in die Bürette zurückgeführt. Der Absorptionsvorgang wird üblicherweise nochmals wiederholt, um eine vollständige Absorption des CO₂ zu gewährleisten. Nach Schließen des Bürettenhahnes wird das Volumendes Testgases abgelesen, indem man den Sperrwasserspiegel in Bürette und Niveauflasche auf gleiches Niveau bringt.

Die Absorption der schweren Kohlenwasserstoffe, des Sauerstoffs und des Kohlenmonoxids erfolgen hierauf in gleicher Weise in den dafür vorgesehenen Absorptionsgefäßen. Bei der Kohlenmonoxidbestimmung sind zwei Absorptionsgefäße vorgesehen, da sich die Absorptionslösung relativ schnell verbraucht. Ändert sich der abgelesene Testgehalt zwischen den Gefäßen 4 und 5 nicht mehr, so verlief die Absorption vollständig. Vor dem endgültigen Ablesen der einzelnen Komponenten wird das Restgas nochmals in das Gefäß 1 zur Absorption von evtl. aufgenommenen Ammoniakdämpfen eingeleitet.

Schließlich wird noch der Gehalt an Wasserstoff und Methan bestimmt, indem zunächst der von CO₂, C_nH_m O₂ und CO befreite Gasrest oder ein abgemessener Teil desselben in das Ausgleichsgefäß 6 überführt wird.

Vorsicht bei der Analyse von Faul- bzw. Giogasen. Faulgase enthalten in der Regel einen hohen Gehalt an Methan, das beim Überleiten über die auf Rotglut gebrachte Platindrahtspirale explosionsartig verbrennt und die Verbrennungspipette zerstört.

Abhilfe kann man schaffen, indem man nicht den gesamten Gasrest zur Bestimmung des Gehaltes an Methan und Wasserstoff verwendet, sondern nur einen kleinen Teil.

Genauer und besser ist die Verwendung eines Ofenteils, bei der die Verbrennung in einem Verbrennungsrohr aus NCT3-Stahl erfolgt.

Dieses Ofenteil GAG - 130 ist getrennt erhältlich. Eine tragbare Version mit integriertem Ofenteil stellt das GAG - 125 dar. Zur Verbrennung wird die benötigte Menge reinen Sauerstoffs in die Bürette eingemessen. Zur Verbrennung von 2 Volumenteilen Wasserstoff wird 1 Volumenteil Sauerstoff und zur Verbrennung von 1 Volumenteil Methan werden 2 Volumenteile Sauerstoff benötigt.

Steht kein reiner Sauerstoff zur Verfügung, so kann auch mit Luft verbrannt werden. Luft enthält ca. 20,8 % Sauerstoff. Daher ist es in vielen Fällen notwendig, nur einen Teil des verbliebenen Testgases zur Bestimmung zu verwenden, da sonst die zur Verbrennung benötigte Luftmenge größer ist als das in dem GAG 120 zur Verfügung stehende Volumen.

Nach dem Einmessen des Sauerstoffs bzw. der Luft wird das Verbrennungsgas mit dem zu verbrennenden Testgas gut gemischt, indem man das Gas mehrmals in das Ausgleichsgefäß bzw. die Bürette mit Hilfe der Niveauflasche drückt.

Nun wird die Platindrahtspirale der Verbrennungspipette zur dunklen Rotglut gebracht und das Verbrennungsgasgemisch langsam daran vorbei geleitet. Die eintretende Verbrennung erkennt man am helleren Glühen der Spirale. Glüht nach mehrmaligem Vorbeiführen des Gases an der Spirale diese nicht mehr heller auf, sind Methan und Wasserstoff vollständig verbrannt. Das verbleibende Restvolumen wird an der Bürette abgelesen und daraus der Gehalt an Wasserstoff errechnet.

Nun bestimmt man noch die Menge des bei der Verbrennung des Methans entstandenen Kohlendioxids, indem man den Gasrest durch die Kalilauge im Gefäß 1 leitet. Das in der Kalilauge absorbierte Volumen an Kohlensäure entspricht der Menge des im Gas enthaltenen Methans.

Ausrechnung einer Analyse (Beispiel):

An der Bürettenteilung abgelesene Werte:	ml
Volumen 1 nach dem Einfüllen	0,0
Volumen 2 nach der Absorption CO_2	14,8
Volumen 3 nach der Absorption der schweren Kohlenwasserstoffe C_nH_m	15,2
Volumen 4 nach der Absorption des Sauerstoffs	16,2
Volumen 5 nach der Absorption des Kohlenmonoxids	16,8

1. Restgasgehalt

ml
83,2

Dieses Volumen wird in das Ausgleichsgefäß 6 überführt.

Volumen 6 eingemessener Sauerstoff (100 ml)	0,0
Volumen 7 nach Verbrennung	53,6
Volumen 8 nach der Absorption des Kohlendioxids	82,6
2. Restvolumen	17,4

Berechnung des Methananteils

$$2/3 \times \left[(\text{Vol. 7} + \text{Vol. 6} - \text{Vol. 5}) - 2 \times (\text{Vol. 8} - \text{Vol. 7}) \right]$$

Berechnung des Methananteils

$$\text{Vol. 8} - \text{Vol. 7}$$

Daraus errechnen sich folgende Prozentgehalte:

Kohlendioxid	14,8 %
schwere Kohlenwasserstoffe	0,4 %
Sauerstoff	1,0 %
Kohlenmonoxid	0,6 %
Wasserstoff	52,5 %
Methan	29,0 %
Stickstoff	1,7 %
 Summe	 100,0 %

Anmerkung:

- 1.) Vor Beginn einer Analyse ist zu prüfen, ob die Hähne leichtgängig und dicht sind, notfalls sind diese neu zu fertigen.
- 2.) Die angegebene Reihenfolge der Absorption muß auch dann eingehalten werden, wenn nur einzelne Gasteile gemessen werden.
- 3.) Vor Ablesen der Bürette warte man stets, bis das Sperrwasser abgelaufen ist.
- 4.) Am Verbrennungsgefäß überzeuge man sich von der einwandfreien Funktion der Verbrennungseinrichtung. Sehr wichtig ist es, darauf zu achten, daß die Platindraht-Spirale mindestens einen Abstand von 1 cm zum Kunststoff hat. Der Kunststoff wird sonst übermäßig aufgeheizt. Die Verbrennungseinrichtung darf erst eingeschaltet werden, wenn der Wasserstoff- und Methangehalt bestimmt werden.

Literatur

- | | |
|------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| Karl Kessels: | Chemische Gasanalyse, Teil 1/2 (1960)
Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf |
| Hans Biebesheimer u.
Fritz Schustser: | Laboratoriumsbuch für Gaswerke
Teil 2 -
Verlag Wilhelm Knapp, Halle (Saale) |
| Fritz Bayer und
Georg Wagner: | Gasanalyse (1960)
Verlag Ferdinand Enke, Stuttgart |

Bezeichnung der Teile zu Bb 209/1 und 209/2:

- 1.) Absorptionsgefäß
- 2.) Verteiler mit 6 Anschlüssen, komplett
- 3.) Verteilerküken
- 4.) Bürette 0 - 100 % in 1/5
- 5.) Winkelstück mit Gummistopfen
- 6.) Kapillarwinkel mit Halter für Verbrennungspipette
- 7.) Dreiwegehahn
- 8.) Niveauflasche
- 9.) Scheiblerblase
- 10.) Ausgleichsgefäß

Ersatzteile zum GAG 120

(s. Zeichn. Bb 209/1 und Bb 209/2)

Absorptionsgefäß, Teil 1	Nr. 4210/801
Ausgleichsgefäß, Teil 10	Nr. 4210/816
Verteiler mit 6 Anschlüssen komplett, Teil 2	Nr. 4210/808
Bürette 0 - 100 % in 1/5 geteilt Teil 4	Nr. 4210/809
Winkelstück mit Gummistopfen und Bohrung, Teil 5	Nr. 4210/805
Kapillarwinkel mit Aufnahme für Verbrennungseinsatz, Teil 6	Nr. 4210/817
Verbrennungseinsatz komplett	Nr. 4331/200-02
Dichtungsring für Verbrennungs- einsatz Gr. 012	
Platinspirale	
Transformator mit Regulier- widerstand	Nr. 4307/200-01
Dreiwegehahn, Teil 7	Nr. 4210/807
Niveauflasche 250 ml, Teil 8	
Scheiblerblase, Teil 9	
Bürettenmantel	Nr. 4210/80
Gummistopfen für Bürettenmantel	
Gummischlauch 6 mm i. \varnothing 2 mm Wandstärke	

