

## BEDIENUNGSANWEISUNG

Gasanalyse-Apparate nach Orsat-Fischer, Orsat-Lunge,  
Orsat-Friedrichs, Nr. 7.850 - Nr. 7.860

Alle Analysenapparate befinden sich komplett in einem tragbaren Holzkasten mit herauschiebbaren Vorder- und Rückwänden.

Die Unterschiede der einzelnen Typen bestehen in der Anzahl und Art der Absorptionsgefäße sowie beim Modell 7.860 005 nach Orsat-Friedrichs, noch aus einer Nachverbrennungseinrichtung für nicht absorbierbare Gase.

7.850 002 bzw. 7.850 003 sind kleine (sog. Reise-) Apparate nach Orsat-Fischer mit zwei bzw. drei Absorptionsröhren.

7.851 002 bzw. 7.851 003 entsprechen obigen Geräten, sind jedoch eine größere Ausführung.

7.852 002 bzw. 7.852 003 entsprechen in der Größe 7.851 haben jedoch Sprudelpipetten mit einem besseren Absorptionseffekt.

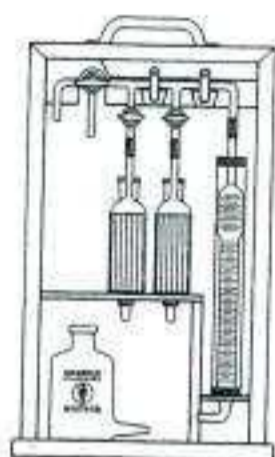
7.855 004 und 7.856 004 sind Apparate nach Orsat-Lunge mit Orsat-Pipetten (7.855) oder Sprudelpipetten (7.856). Beide Geräte haben ein Pd-Asbest-Rohr mit Spiritusbrenner zur  $H_2$ -Verbrennung.

7.860 005 ist ein Analyse-Apparat mit 5 Sprudelpipetten (Orsat-Friedrichs) und einer Nachverbrennungseinrichtung für z.B.  $CH_4$  mit  $O_2$  an einer Pt-Spirale.

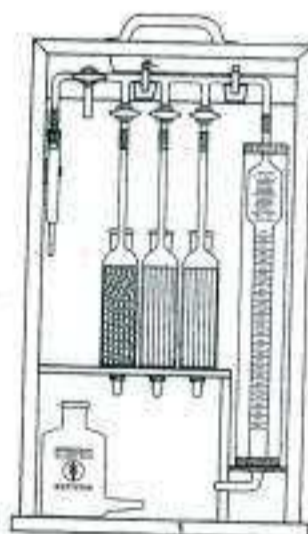
### Allgemeines:

Alle Pipetten, gleich welcher Bauart, müssen mit Absorptionsmitteln gefüllt werden, die den jeweiligen Zwecken entsprechen. Es muß in der Reihenfolge  $CO_2$ ,  $C_nH_m$ ,  $CO$ , absorbiert werden. Kohlenwasserstoffe fallen bei den kleineren Geräten weg.  $N_2$  wird aus der Differenz zu 100 % bestimmt, sofern auch die leichten Kohlenwasserstoffe und der Wasserstoff vorher verbrannt und absorbiert wurden.

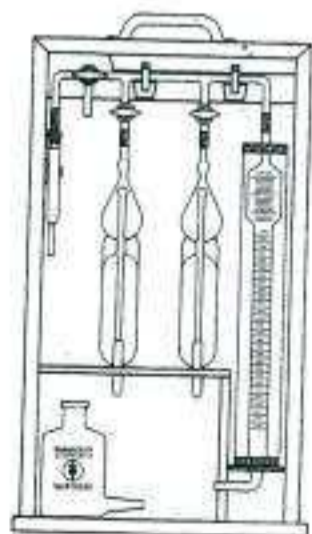
Da die Analysen auf Gasvolumenmessungen beruhen, ist bei jeder Ableseung auf Niveau-Gleichheit der Sperrflüssigkeitsspiegel zu achten. Größere Temperaturänderungen innerhalb einer Messung erzeugen Fehler infolge Ausdehnung der Gase.



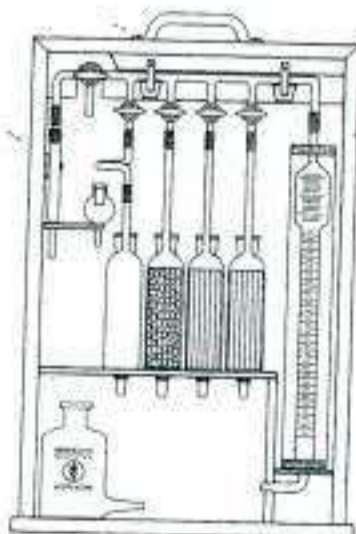
7.850 002



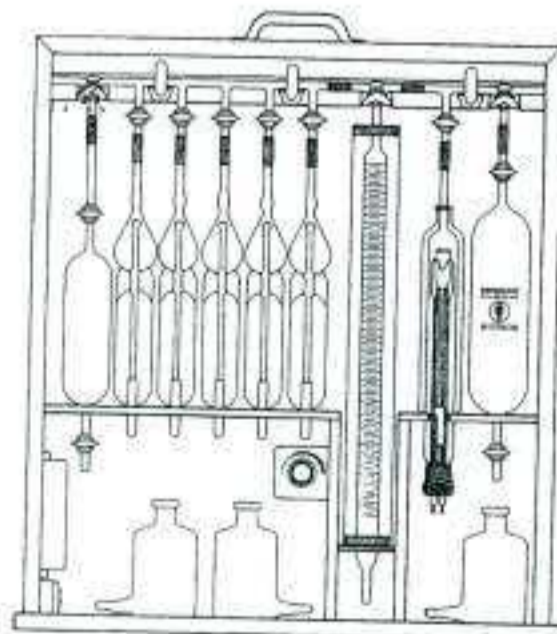
7.851 003



7.852 002



7.855 004



7.860 005

Bei den größeren Typen ist eine spezielle Gas-Vorratsbürette mit Niveaufaß vorhanden. Diese Vorratsbürette wird ebenfalls mit gesättigter NaCl-Lösung gefüllt.

An einem freien Schenkel des Dreiweghahnes wird ein Röhrchen mit Glaswolle-Füllung angeschlossen, um Festkörper aus den zu analysierenden Gasen festzuhalten. Der senkrechte Schenkel ist bei den kleineren Modellen frei, bei den größeren mit der Vorratsbürette verbunden.

Die Probenahme erfolgt durch Anschließen des Reinigungsröhrchens oder des freien Schenkels an die Anlage o.ä. aus der das zu untersuchende Gas entnommen werden muß. Durch Senken der Niveauflasche der Vorratsbürette bzw. der Gasbürette wird das Gas eingesaugt. Sofern eine Vorratsbürette vorhanden ist, wird anschließend von dieser in die Gasbürette übergedrückt. In beiden Fällen wird die Gasbürette bis zur untersten Marke gefüllt und bei Niveaugleichheit gegebenenfalls auch des Niveaus der Vorratsbürette genau eingestellt.

Die Analyse wird durchgeführt, indem man nacheinander das Gas durch die Absorptionspipetten in der oben angegebenen Reihenfolge, also von der Gasbürette aus zuerst zur Absorption von  $\text{CO}_2$  dann  $\text{C}_n\text{H}_m$ ,  $\text{O}_2$  und  $\text{CO}$ , drückt. Man schiebt das Gas jeweils so lange durch die betreffende Absorptionspipette, bis keine Volumenverminderung in der Gasbürette mehr festzustellen ist. Ist dies der Fall, wird bei Niveaugleichheit abgelesen und anschließend das Gas in die folgende Absorptionspipette gedrückt.

Im Restgas können außer  $\text{N}_2$  noch leichtere Kohlenwasserstoffe und Wasserstoff vorhanden sein. Sollen diese auch bestimmt werden, müssen diese zu  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{O}$  verbrannt werden. Dies erfolgt an einem glühenden Platindraht. Für eine Oxydation von  $\text{H}_2$  genügt auch ein erhitztes Pd-Asbest-Rohr.

Für die letztgenannten Fälle werden die Typen 7.855, 7.856 und 7.860 verwendet.

#### Bestimmung von $\text{H}_2$ durch Oxydation in einem erhitzten Pd-Asbest-Rohr

Das restliche Gas nach erfolgter Absorption wird mit einer genau abzumessenden Menge  $\text{O}_2$  (ca. 30 ml) versetzt und in die Pipette unterhalb des gefüllten Pd-Asbest-Röhres getrieben. Diese Pipette ist nur mit NaCl gesättigtem Wasser bis in die Kapillare gefüllt. Das Gasmisch wird nun so lange durch die vom Spiritus-Brenner erhitzten Pd-Asbest-Spirale geschickt, bis keine Volumenkontraktion mehr festzustellen ist. Die Ablesung kann nicht sofort erfolgen, da sich das noch heiße Restgas erst auf Ausgangstemperatur abkühlen muß.

#### Bestimmung von $\text{H}_2$ und leichten Kohlenwasserstoffen durch Verbrennen an einer rotglühenden Platinspirale

Zunächst wird die große Pipette mit Sauerstoff gefüllt. Dies erfolgt am besten aus der Flasche nach Anschließen des rechten Dreiweghahnes und Öffnen desselben in Richtung  $\text{O}_2$ -Pipette. An dieser müssen die beiden Hähne vor Öffnen des Bombenventils ebenfalls offen sein. Die vorher mit gesättigter NaCl-Lösung gefüllte  $\text{O}_2$ -Pipette wird dadurch in das Niveaufaß entleert und mit  $\text{O}_2$  gefüllt. Aus dieser Pipette treibt man dann ca. 30 ml in die Gasbürette, wo sich die Restgase befinden. Diese drückt man nun mehrmals über die glühende Platinspirale in die Verbrennungspipette, die ebenfalls mit gesättigter NaCl-Lösung gefüllt war.

Beim Hochheizen der Platinspirale muß der Regler langsam aufgedreht werden. Eine Überhitzung des Drahtes führt zum Durchbrennen, da bei ruhendem Gas kaum Wärme abgeführt wird.

Wie üblich wird so lange übergeleitet, bis keine Volumenkontraktion in der Gasbürette mehr sichtbar ist. Danach bestimmt man wie oben beschrieben das gebildete  $\text{CO}_2$  (die zugeführte  $\text{O}_2$ -Menge muß natürlich abgezogen und der Rest in der Pyrogallal-Lösung absorbiert werden).

Die Sprudelpipetten nach Orsat-Friedrichs sind gefüllt, wenn die Absorptionsflüssigkeit über dem oberen Ende des inneren Kapillarrohres und etwa 1 cm hoch im Ausgleichsgefäß steht. Die Orsat-Pipetten sind schon mit Glasröhren oder Kupferspiralen in Glasröhren gefüllt. Die Absorptionsmittel werden bis zur halben Höhe in Absorptions- und Ausgleichsteil eingefüllt, so daß sie vor Gebrauch bis an die Kapillare hochgesaugt werden können und noch eine etwa 1 cm hohe Schicht im Ausgleichsteil stehen bleibt.

In demselben Pipettentyp kann durch die untere mit einem Gummistopfen verschlossene Öffnung an Stelle des Glasröhrchens stangenförmiger (etwa 2-3 mm  $\emptyset$ ) Phosphor eingeführt werden.

#### Absorptionsmittel:

Kohlendioxid: 50 % Kalilauge

Schwere Kohlenwasserstoffe: rauchende Schwefelsäure

Sauerstoff: Entweder fertige 25 %ige Pyrogallol-Lösung zur Sauerstoffabsorption oder man stellt sie sich jeweils vor Gebrauch her. Dabei wird eine 25 %ige Lösung von Pyrogallol in Wasser mit dem 5-fachen Volumen einer 33 %igen Kalilauge gemischt.

Soll die  $O_2$  Bestimmung mit Phosphor gemacht werden, füllt man eine Orsat-Pipette (die Sprudelpipette ist hierfür nicht geeignet) mit Phosphorstangen von etwa 2-3 mm  $\emptyset$ . Diese Pipette muß immer mit Wasser gefüllt sein und möglichst nicht dem Sonnenlicht ausgesetzt werden.

Als weiteres Absorptionsmittel kommt eine 20 %ige Natriumdithionit-Lösung ( $Na_2S_2O_4$ ), früher auch Natriumhydrosulfit, in Frage, die mit etwa der gleichen Menge 10 %iger Natronlauge alkalisch gemacht wird. Diese Lösung absorbiert unabhängig von der Temperatur und nimmt kein CO auf.

Die  $O_2$ -Absorption in Pyrogallol ist dagegen schneller. Wenn anstelle von Natron-Kalilauge verwendet wird, steigt die Absorptionsgeschwindigkeit der Na-Dithionit-Lösung an.

Kohlenmonoxid: Die etwa 20 %ige Kupfer-I-Chlorid Lösung stellt man her, indem man 200 g Kupfer-I-Chlorid in einer Lösung von 250 g Ammoniumchlorid in 750 g Wasser löst. Diese Lösung wird mit 250 g Ammoniak (konz) versetzt und filtriert. Um in der Vorratsflasche eine vorzeitige Oxydation zu vermeiden, werden einige Kupferstückchen hineingelegt. Da sich diese Lösung im Laufe der Analysen sehr schnell verbraucht, ist ein größerer Vorrat angebracht. Wenn möglich, benutzt man in einem Apparat 2 Pipetten mit Kupfer-I-Chlorid Füllung, um jedem Risiko eines Verbrauchs während einer Analyse aus dem Wege zu gehen.

#### Vorbereitung zur Analyse:

Die Absorptionspipetten werden wie beschrieben gefüllt und die Blasen auf die Öffnung der Ausgleichgefäße gesteckt. Die Blasen halten die Luft von den Absorptionsmitteln fern. Die Hähne müssen gut gängig und dicht sein. Ein zähes Fett ist zur Schmierung angebracht.

Die Gasbürette (mit Graduierung) füllt man über das Niveaugefäß mit gesättigter NaCl-Lösung. Um jede alkalische Reaktion zu vermeiden, säuert man mit etwas  $H_2SO_4$  an. Zur besseren Ablesbarkeit kann mit Methylorange angefärbt werden.

Die Gasbürette wird bis zur obersten Marke bei Niveaugleichheit gefüllt. Sollte keine Marke vorhanden sein (z.B. bei einigen der größeren Typen), so wird bis an den Hahn luftblasenfrei gefüllt.

Berechnen der Analyse:

Bei einer 100 ml Gas-Bürette ist 1 ml = 1 %

Bei einer 50 ml Gas-Bürette 1 ml = 2 %

Das folgende Beispiel bezieht sich auf eine komplette Analyse unter Verwendung einer 100 ml Bürette:

①	Skalenwert nach Füllen	100,0 ml	0,0 ml
②	Skalenwert nach Absorption von CO <sub>2</sub>	96,0	4,0
③	Skalenwert nach Absorption von C <sub>n</sub> H <sub>m</sub>	95,8	0,2
④	Skalenwert nach Absorption von O <sub>2</sub>	95,6	0,2
⑤	Skalenwert nach Absorption von CO	65,2	30,4
⑥	Anfüllen mit O <sub>2</sub> bis zum Skalenwert	92,4	27,2
⑦	Skalenwert nach der Verbrennung	37,8	27,4
⑧	Skalenwert nach Absorption von CO <sub>2</sub>	34,2	3,6
⑨	Skalenwert nach Absorption von O <sub>2</sub> Rest	20,7	13,5

Zur Berechnung dienen folgende Formeln:

Verbrauch an O<sub>2</sub> zur Verbrennung = a

dabei gebildetes CO<sub>2</sub> = b

und durch Wasserbildung  
erfolgte Kontraktion = c

z.B. 
$$a = ( \textcircled{6} - \textcircled{5} ) - ( \textcircled{8} - \textcircled{9} )$$
$$= ( 92,4 - 65,2 ) - ( 34,2 - 20,7 ) = 13,7 \text{ ml}$$

$$b = \textcircled{7} - \textcircled{8}$$
$$= 37,8 - 34,2 = 3,6 \text{ ml}$$

$$c = \textcircled{5} - \textcircled{7}$$
$$= 65,2 - 37,8 = 27,4 \text{ ml}$$

Daraus errechnet sich der Wasserstoff = c - a = 13,7 ml

und Methan =  $a - \frac{b+c}{3} = 3,4 \text{ ml}$

Ein eventueller noch vorhandener Rest CO wird nach

$$\text{CO} = b - \text{Methan}$$

berechnet. (Im Beispiel 3,6 - 3,4 = 0,2 ml) Dieser Wert wird dem absorbierten Anteil zugerechnet.

Ergebnis:

Kohlendioxid	4,0 %
schwere Kohlenwasserstoffe	0,2 %
Sauerstoff	0,2 %
Kohlenmonoxid	30,6 %
Wasserstoff	13,7 %
Methan	3,4 %
	<hr/>
	52,1 %
Differenz zu 100 %	47,9 % Gasrest