

Gas-Zusammensetzung mit dem Orsat-Analysator

Methode: Absorption und Verbrennung im Orsat-Keine-Apparat

Prinzip:

Die Gasbestandteile werden nacheinander durch Absorption oder Verbrennung entfernt und der Anteil des entfernten Gases durch die entsprechende Volumenminderung festgestellt.

Anwendungsbereich:

**CO₂, ungesättigte KW, CO, O₂, H₂ und CH₄
(N₂ wird berechnet)**

Vorbereitung: Ansatz der notwendigen Absorptionslösungen

Abs.-Gefäß für:	Absorptionslösung:
CO ₂	125 g KOH in 250 ml deion. Wasser lösen
unges. KW	14 g Silbersulfat in 1 L konz. Schwefelsäure (Dichte = 1,84) lösen
O ₂	12,5 g Pyrogallol und 125 g KOH in 250 ml deion. Wasser lösen (luftdicht verschließen) (Die Menge gilt für 1 Gefäß)
CO	250 g Ammoniumchlorid (NH ₄ Cl) und 200 g Kupfer-(I)-chlorid in 750 ml deion. Wasser im (1 L-Erlenmeyerkolben) lösen; 3 Volumenteile dieser Lösung mit 1 Teil NH ₄ OH mischen und anschließend 15 g Cu-Späne zugeben
Gasmausflüssigkeit	30 ml H ₂ SO ₄ in 1.000 mL dest. Wasser geben und unter Erwärmen 200 g Na ₂ SO ₄ x 10 H ₂ O darin lösen. Mit Methylorange anfärben.
Bürette	Man löst 250 g NaCl in 1000 ml dest. H ₂ O und gibt 20 ml konz. H ₂ SO ₄ und 1 ml 1g/L-Methylrotlösung dazu.

Entnahme der Gasproben:

Die Gasmaus und die Kapillaren sind mit Sperrflüssigkeit gefüllt:

- Gasmaus an die Entnahmestelle anschließen, die Gasmaus senkrecht nach unten halten
- den der Entnahmestelle näherliegenden Hahn öffnen
- den zweiten, tiefer liegenden Hahn öffnen und das Wasser auslaufen lassen
=> die ablaufende Sperrflüssigkeit zieht die Gasprobe in das Sammelgefäß
- den unteren Hahn schließen, wenn nur noch ein geringer Rest Sperrflüssigkeit vorhanden ist
- den oberen Hahn schließen und die Gasmaus von der Entnahmestelle trennen

Durchführung:

Alle Absorptionsgefäße müssen luftblasenfrei gefüllt sein und die Hähne auf Dichtigkeit geprüft werden.

- die Hahnbrücke zur Außenluft öffnen
- Gasbürette mit Sperrflüssigkeit füllen
- den Einleitungshahn mit der Gasmaus verbinden
- die Bürette durch senken der Niveauflasche mit der Gasprobe füllen
- die Gasbürette entleeren und nochmals füllen
(Gasprobe soll etwa 2 cm bis unter den 0-Strich eingestellt werden)
- Einstellen der Gasmenge auf 100 ml:
 - Einleitungshahn schließen und ca. 1 min warten bis an der Wandung haftende Sperrflüssigkeit zusammengelaufen ist
 - die Niveauflasche hochstellen => das Gas wird in der Bürette zusammengedrückt
 - den Schlauch an der Niveauflasche zusammendrücken und diese wieder auf den Tisch zurückstellen
 - durch vorsichtiges öffnen des Schlauches die Sperrflüssigkeit auf den 0-Strich einstellen
 - den Einleithahn kurz öffnen und den Überdruck entweichen lassen

Nach Beendigung der Analyse sind alle benutzten Geräte zu reinigen und aufzuräumen !

1. Absorptionsschritt: CO₂ wird in Kalilauge absorbiert

- das Gas mind. **5x** durch das KOH-Absorptionsgefäß leiten
- das Restgas in die Gasbürette zurückführen
- Restgas ablesen
=> die Differenz in ml entspricht dem CO₂-Anteil der Gasprobe in Vol-%

=> X₁**2. Absorptionsschritt: ungesättigte KW werden in Silbersulfat/Schwefelsäure absorbiert**

- das Gas mind. **5x** durch die das Ag₂SO₄/H₂SO₄-Absorptionsgefäß leiten
- das Restgas in die Gasbürette zurückführen
- Restgas ablesen
=> die ml-Differenz zum vorhergehenden Gasvolumen entspricht dem KW-Anteil der Gasprobe in Vol-%

=> X₂**3. Absorptionsschritt: O₂ wird in Pyrogallol/KOH absorbiert**

- das Gas mind. **10x** durch das Pyrogallol/KOH-Absorptionsgefäß leiten und jeweils kurz verweilen lassen
- das Restgas in die Gasbürette zurückführen
- Restgas ablesen
=> die ml-Differenz zum vorhergehenden Gasvolumen entspricht dem O₂-Anteil der Gasprobe in Vol-%

=> X₃**4. Absorptionsschritt: CO wird in CuCl-Lösung absorbiert**

- das Gas langsam mind. **5x** durch das CuCl-Absorptionsgefäß leiten
=> wird beobachtet, daß die Absorption nicht mehr optimal läuft, muß die CuCl-Lösung erneuert werden
=> der letzte Absorptionsschritt sollte immer in einer frischen CuCl-Lösung erfolgen
- das Gas vor dem Ablesen zur Entfernung von event. mitgerissenem NH₃ durch die verd. H₂SO₄ leiten
- das Restgas in die Gasbürette zurückführen
- Restgas ablesen
=> die ml-Differenz zum vorhergehenden Gasvolumen entspricht dem CO-Anteil der Gasprobe in Vol-%

=> X₄**5. Absorptionsschritt: H₂ und CH₄ werden verbrannt und als CO₂ in KOH absorbiert**

- das Probegas mit Luft wieder auf 100 ml auffüllen
- das Gas in die Verbrennungspipette leiten
die Platinspirale zum Glühen bringen => CH₄ wird zu CO₂ verbrannt
- die Gasprobe mind. 10x über die glühende Platinspirale leiten
- das Gas abkühlen lassen und die Volumenkontraktion messen
- das Verbrennungsgas mind. **5x** durch das KOH-Absorptionsgefäß leiten
=> das bei der Verbrennung gebildete CO₂ wird absorbiert
- das Restgas in die Gasbürette zurückführen
- Volumenminderung ablesen

=> X₅=> X₆**Auswertung:**

Startvolumen	Gasprobe	Σ = 100 ml		
1. Absorptionsschritt	CO ₂	X ₁ ml		= Vol.% CO ₂
2. Absorptionsschritt	unges. KW	X ₂ ml	=> X ₂ - X ₁	= Vol.% unges. KW
3. Absorptionsschritt	O ₂	X ₃ ml	=> X ₃ - X ₂	= Vol.% O ₂
4. Absorptionsschritt	CO	X ₄ ml	=> X ₄ - X ₃	= Vol.% CO
	Restgas + Luft (auffüllen)	Σ = 100 ml		
	H ₂ , CH ₄ nach Verbrennung	X ₅ ml		
5. Absorptionsschritt	CH ₄ als abs. CO ₂	X ₆ ml	=> X ₆ - X ₅	= Vol.% CH ₄

Nach Beendigung der Analyse sind alle benutzten Geräte zu reinigen und aufzuräumen !

Berechnung von H₂ und N₂:

$$\text{H}_2 \text{ in Vol.\%} = [X_5 - (2 \cdot \text{CH}_4)] \cdot 2/3$$

$$\text{N}_2 \text{ in Vol.\%} = 100 \% - \text{Summe der bestimmten Gase}$$

Besondere Hinweise

Beim Umgang mit dem Orsat-Analysator sind folgende Punkte für den Erhalt einwandfreier Meßergebnisse zu beachten:

1. alle Verbindungen, Hähne ect. auf Dichtigkeit prüfen
 2. zügige Messdurchführung bei konst. Raumtemperatur
 3. Gefäße immer vollständig (luftblasenfrei) mit Absorptionslösungen und Sperrflüssigkeit füllen
 4. vor dem Volumenablesen immer warten bis die Sperrflüssigkeit zusammengelaufen ist
 5. alle Werte direkt im Datenblatt notieren
 6. im Zweifelsfalle immer frische Absorptionslösungen ansetzen
 7. übergelaufene und verschüttete Absorptionslösungen sofort abtrocknen => führt sonst zu Verkrustung
 8. Glasgefäße und Hähne regelmäßig mit Chromschwefelsäure reinigen => **Vorsicht: ätzend und giftig**
 9. nach längerer Standzeit die Hähne neu fetten
 10. die Sperrflüssigkeit darf nicht mit alkalischer Abs.-Flüssigkeit verunreinigt werden
 11. keine NaOH für Abs.-Flüssigkeiten verwenden
 12. an ungesättigte KW lagert sich Schwefelsäure an
 13. die Pyrogallollösung muß vor dem Neueinfüllen immer frisch angesetzt werden, neben der O₂-Absorption wird auch CO gebildet
 14. die CO-Absorption in Cu(I)-Chlorid ist eine Gleichgewichtsreaktion, d.h. wenn genügend CO absorbiert ist kann CO auch an CO-arme Probegase abgegeben werden
 15. die CuCl-Lösung absorbiert KW und CO, d.h. diese müssen vorher entfernt werden
- => Ausführliche Erklärungen siehe Orsat-Arbeitsanweisung: CP/16 im Anhang.**

Störungen: Durch verbrauchte Absorptionslösungen werden Minderbefunde erzielt. Auf Volumenkonstanz und Druckausgleich achten.

Abfallbehandlung: Säure-, Laugen- und metallhaltige Abfälle in die dafür vorgesehen Behälter geben.

Sicherheitshinweise: In den Absorptionslösungen sind Säuren und Laugen teilweise in hohen Konzentrationen enthalten => mit Schutzbrille und Handschuhen arbeiten !

Nach Beendigung der Analyse sind alle benutzten Geräte zu reinigen und aufzuräumen !