

Een gasontwikkelingstoestel voor het laboratorium

door J. H. Förch

542.71

Voor ijzeraarde-absorptieproeven hebben wij soms weken achtereenvolgende 8 uur per dag een constante H_2S -stroom nodig.

Een normaal Kipptoestel blijkt hiervoor niet bruikbaar te zijn. Wij hebben daarom voor dit doel een speciaal toestel laten maken, waarvan de werking, naar ik hoop, uit de tekening voldoende is af te leiden.

Dit toestel blijkt, na twee jaar gebruik, zeer goed te voldoen en heeft zoveel voordelen boven de normale Kipptoestellen, dat ik meen, dat invoering hiervan voor de meeste laboratoria een verbetering zou betekenen.

In het algemeen bezitten Kipptoestellen de volgende gebreken:

1. Na enige tijd in werking te zijn geweest, daalt de gasdruk (normaal van ca. 30 cm tot 0 cm w.k.). Achter een toestel dat in gebruik is zijn meestal enige wasflesjes geschakeld, zodat de gasstroom reeds eerder ophoudt.
2. De druk kan niet eenvoudig worden opgevoerd. Vaak is de tegendruk van de wasflesjestrain zelfs groter dan de druk, welke het geheel gevulde toestel kan leveren (bijv. H_2 voor de waterstof-electrode). Men moet dan genoegen nemen met een minder hoge vulling van de flesjes, en is dus met de gaszuivering gebonden aan de druk van het toestel.
3. De toestellen zijn ongeschikt voor continu gebruik. Bij continu gebruik reageert alleen het zuur voor zover dit in de reactiebol kan komen, d.i. ca. $1/3$ van de zuurhoeveelheid. Men gaat daarna tot verversen over, waarbij dus $2/3$ ongebruikt door de gootsteen verdwijnt. Bij discontinu gebruik wordt het afgewerkte zuur voortdurend weer met het verse zuur gemengd, waardoor dit steeds meer

verdund wordt. De gasontwikkelingssnelheid neemt daardoor op den duur af, wat in gevallen, waarin een snelle gasstroom wordt verlangd, zeer storend kan zijn. Bovendien wordt de tijd, gedurende welke een ononderbroken gasstroom geleverd kan worden, steeds korter.

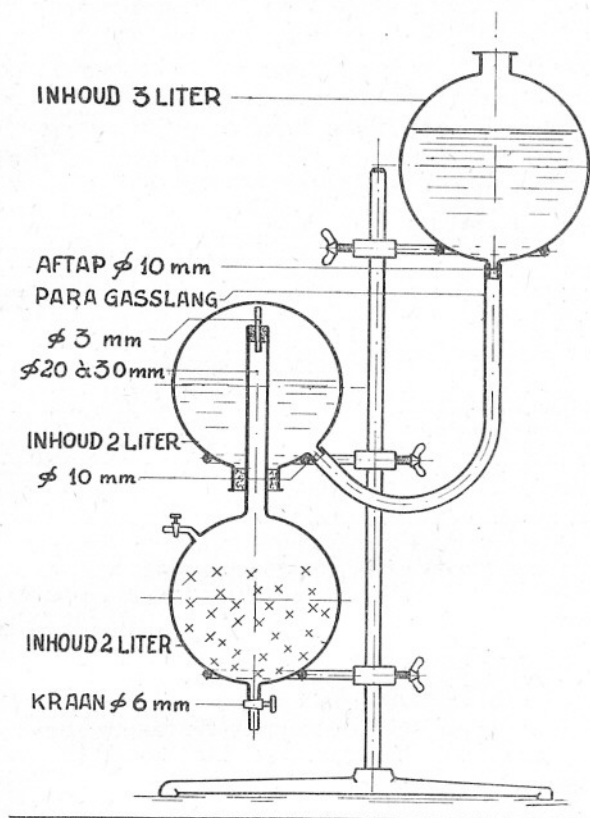
4. Elk Kipptoestel vertoont in meer of mindere mate gaslekken, en ieder kent de hinderlijke eigenschap van H_2S -toestellen steeds te werken, wanneer men het niet wenst, om uitgewerkt te zijn, als men ze nodig heeft. Na langere onderbreking zijn zij vrijwel nooit bedrijfsklaar. De reden hiervan is, dat het praktisch onmogelijk is, een slijpstuk, dat meestal nog verontreinigd is, tegen overdruk gasdicht af te sluiten. Voor H_2S -toestellen is bovendien de rubberkurk van de gaskraan oorzaak van ernstige gaslekkage.
5. Het verwisselen van zuur is een vaak voorkomende en vrij omslachtige bezigheid, temeer opvallend, omdat men er doorgaans op wacht.
6. Kipptoestellen bezitten slechts één gaskraan, waardoor het niet mogelijk is enige bepalingen tegelijk te verrichten, tenzij extra hulpstukken worden aangebracht.
7. Men heeft geen indruk van de hoeveelheid gas, welke voor een bepaalde proef is gebruikt.

In het door ons gebruikte toestel zijn deze bezwaren ondervangen.

1—2. De gasdruk kan tijdens het gebruik willekeurig worden veranderd en desgewenst tot enige meters worden opgevoerd. De geringe daling van het zuurniveau tijdens het gebruik speelt daardoor geen rol. De gasontwikkeling blijft constant, doch in tegenstelling met Kipptoestellen is de gemiddelde gasdruk bij een groter gasverbruik hoger dan bij een kleiner

gasverbruik. De maximale gasproductie bedraagt ca. 700 liter per uur.

3. Het toestel leent zich bij uitstek voor continu gebruik, zowel voor grote als voor kleine gasproducties. Het afgewerkte zuur mengt zich niet met het verse zuur en wordt afzonderlijk door de onderste



Gasontwikkelingstoestel.

kraan afgevoerd. Het zuurverbruik komt overeen met de theoretische hoeveelheid.

4. Aanvankelijk was laag aan het statief een tweede ring geklemd, waarop de 3-liter-bol na afloop van de proef geplaatst kon worden, met de bedoeling, dat bij eventuele lekkage geen zuur bij het FeS kon komen. Daar echter behalve de ingesmolten gaskraan alle verbindingen door vloeistof zijn bedekt en bij een eventuele lekkage op die plaatsen automatisch weer door vloeistof worden afgesloten, kan geen gaslekkage optreden. In de praktijk blijkt deze tweede ring dan ook overbodig te zijn, indien de gaskraan slechts afsluit. Bij een zeer intensief gebruik van het toestel blijft een tweede ring echter handig bij het bijvullen van FeS. De ringen moeten worden opengezaagd.

5. Het toestel blijkt in de praktijk zelfs na maandenlange onderbreking steeds bedrijfsklaar te zijn. Verwisselen van zuur heeft niet plaats, slechts wordt van tijd tot tijd het afgewerkte zuur afgetapt en nieuw zuur in het niveauvat bijgevuld, hetgeen geschiedt zonder onderbreking van de gasstroom.

6. Het toestel kan met twee of meer gaskranen worden uitgevoerd, waardoor men in feite het aantal toestellen vermeerdert.

7. Men heeft steeds een vrij nauwkeurig beeld van de hoeveelheid gas, welke is doorgeleid uit de hoeveelheid afgewerkt zuur en de sterkte van het verse zuur. De sterkte van het afgewerkte zuur be-

draagt nl. voor H_2S -toestellen niet meer dan 0.2 N op methylood.

Normaal wordt 25 %-ig ruw zoutzuur gebruikt. Met verdund zoutzuur is de nauwkeurigheid van de meting echter op te voeren.

Ook is het mogelijk met dit toestel een bepaalde hoeveelheid gas te ontwikkelen, waarna het automatisch stopt. (Dit is bijv. van belang voor ijzeraarde-absorptieproeven, welke thans overnacht kunnen geschieden). Hiertoe wordt met het niveauvat de druk zodanig ingesteld, dat het gas nog juist niet door de wasflesjes gaat. Men voegt vervolgens zoveel met H_2S verzadigd zuur toe, als overeenkomt met de gewenste hoeveelheid gas. Na verbruik van deze hoeveelheid zuur stopt het toestel vanzelf. De nauwkeurigste resultaten bereikt men, indien men aan de uitlaattubus van het niveauvat een glasbuis bevestigt, en het eindniveau in deze glasbuis kiest.

(Men moet voor H_2S wel rekening houden met een aanzienlijke ontledingssnelheid van H_2S door het licht. Na enige dagen bevat het restgas slechts H_2 met weinig H_2S .)

Gashoeveelheden beneden $1\frac{1}{2}$ liter kan men meten, indien men de 3 liter ballon door een gecalibreerd vat vervangt. Men vult daartoe de gasballon geheel met gas, brengt de meniscus in het drukvat op gelijke hoogte, en leest na de proef in het drukvat de verbruikte hoeveelheid af.

Ook bij lekkage of bij open laten staan van de gaskraan (wat in de praktijk vreemd genoeg nog al eens voorkomt), loopt het toestel niet leeg, doch produceert slechts zoveel gas als overeenkomt met de hoeveelheid zuur in het drukvat (normaal ca. 50 liter gas). Door bijvullen met nieuw zuur is het toestel ook in die gevallen direct weer bedrijfsklaar.

Opmerkingen:

1. In verband met het grote gewicht op de onderste ring (de vulling met FeS bedraagt 3 à 5 kg), doet men goed, deze evenals de andere ringen te ontwikkelen, van rubberslang te voorzien of op de ijzeren ring een subrietring te plaatsen.

2. Het 3 mm-buisje make men niet langer dan nodig is, daar anders de hevelwerking te groot wordt, en het zuur te snel en te lang bijloopt.

3. Men make het zich tot gewoonte, voor het in gebruik nemen, het afgewerkte zuur af te tappen, daar men dan later altijd een controle op de gashoeveelheid heeft. Slechts bij langdurig gebruik is tussentijds aftappen noodzakelijk (op z'n laatst na een verbruik van 100 liter gas).

4. Teneinde verzekerd te zijn van een voldoende uurproductie, en met het oog op stukvallen bij het bijvullen met FeS, late men het zwavelijzer niet verder verdwijnen dan tot bijv. 1 kg. Met één zwavelijzer-vulling kan dan zonder onderbreking ca. 1.000 liter gas worden gemaakt. (Met een normaal Kipptoeestel wordt bij continu gebruik slechts ca. 50 liter gas gemaakt, waarna het zuur moet worden verwisseld.)

5. Het toestel moet van pyrexglas worden vervaardigd. Bij eventuele breuk kunnen de onderdelen afzonderlijk worden vervangen, terwijl in de meeste gevallen reparatie mogelijk is.

6. De aftapkraan blijkt in de praktijk zelden door

het slib verstopt te raken. Voor het geval dit toch zou gebeuren moet de kraan doorgestoken kunnen worden, reden waarom de tubus recht en zo kort mogelijk moet zijn.

7. Bij het in gebruik nemen van een pas gevuld toestel maakt het de indruk, dat er een gaslek is, daar de eerste dagen voortdurend zuur bijdruppelt. Dit wordt echter veroorzaakt door het oplossen van H_2S in het zuur in de gasballon. Het verschijnsel houdt op, zodra de gele kleur van het ruwe zoutzuur is verdwenen. Enige zwavel zet zich hierbij in de ballon af.

8. Het toestel kan ook gebruikt worden voor het laten reageren van twee vloeistoffen, waaruit zich een gas ontwikkelt. De chemicaliën, welke rubber aantasten, als sterk zwavelzuur, KOH, enz., brenge men in dit geval in de reactiekolf.

9. Bijvullen met FeS kan ter plaatse in ca. 15

minuten geschieden, door het niveauvat op de onderste ring te plaatsen, de gaskraan te openen, het toestel scheef te houden met de tubus van de gasballon omlaag, waardoor het restant zuur uit de gasballon wegloopt, de gasballon af te nemen en met de tubus omlaag op de bovenste ring te leggen, de reactiekolf bij te vullen met FeS en het geheel weer in de oude toestand terug te brengen.

Tenslotte is in deze tijd een niet onbelangrijk voordeel, dat de toestellen ook werkelijk te verkrijgen zijn. Zij kunnen door iedere kundige glasblazer worden gemaakt en komen in prijs niet hoger dan Kipp-toestellen van dezelfde uurproductie¹⁾.

Januari 1949.

¹⁾ De toestellen worden door de firma Delius in de handel gebracht.