

# Analytisch-technische Untersuchungen

## Schwefelwasserstoff-Entwickler für das Laboratorium

von DR. K. TH. ZIMMERMANN, MÜNCHEN

*Es wird ein einfaches Laboratoriumsgerät zur Darstellung eines starken, kontinuierlichen Schwefelwasserstoff-Stromes beschrieben. Das  $H_2S$  wird bei etwa  $400^\circ C$  aus den Elementen synthetisiert; als Katalysator dient ein Molybdänsulfid-Trägerkontakt.*

Ein kräftiger, kontinuierlicher Schwefelwasserstoff-Strom, wie er für präparative Arbeiten oder für größere analytische Laboratorien gefordert wird, lässt sich mit den bekannten Schwefelwasserstoff-Entwicklern nur schwierig erzeugen. Das nachfolgend beschriebene Gerät beseitigt diesen Übelstand; es ist den bekannten Schwefelwasserstoff-Entwicklern in Leistung, Konstanz des Gasstromes, Reinheit des Gases, Einfachheit der Wartung und Wirtschaftlichkeit überlegen.

Die Synthese aus den Elementen in der Gasphase bietet die größten Erfolgsaussichten auf die Erzeugung eines starken Schwefelwasserstoff-Stromes. Bekannt ist die Darstellung am Bimssteinkontakt bei  $400$  bis  $600^\circ C$  [1, 2]. Eine Apparatur, mit deren Hilfe etwa 8 Liter Schwefelwasserstoff in der Stunde erzeugt werden können, wurde bereits beschrieben [2, 3]. Bimsstein beschleunigt die Gleichgewichtseinstellung aber unzureichend. Als wesentlich wirksamere Katalysatoren für diese Reaktion werden Mo, W, Ni, Co, Fe, V, Zn und deren Verbindungen, insbesondere die Sulfide, genannt [4]. Kontakte aus Nickel- und Kobaltsulfid sind zur Schwefelwasserstoff-Synthese in Laboratoriumsapparaturen verwandt worden [5, 6]. Zur industriellen Darstellung von Schwefelwasserstoff hoher Konzentration durch Synthese aus den Elementen erwiesen sich Molybdän- und Wolframdisulfid als katalytisch besonders aktiv [7, 8]. Diese Katalysatoren wurden in technischen und halbtechnischen Syntheseapparaturen verwendet, wobei der Kontakt durch Eintauchen in flüssigen Schwefel auf seine Reaktionstemperatur von etwa  $400^\circ C$  erhitzt wurde [7]. Schwierigkeiten bereitet die Abscheidung des vom Gas mitgerissenen Schwefels, da dieser die Apparatur verstopfen kann. Die rechtzeitige Schwefel-Abscheidung wird mit einer Verringerung der Apparateabmessungen immer problematischer.

Frei von diesem Nachteil ist unser Schwefelwasserstoff-Entwickler aus Geräteglas (Abb. 1), in welchem mitgerissener Schwefel bereits innerhalb des Reaktionsraumes abgeschieden wird.

Mit einem Tiegelofen (1) erhitzt man das Reaktionsgefäß (2) mit Schwefel (3) auf etwa  $380^\circ C$ . Durch das Einleitungsrohr (4) strömt Wasserstoff durch den geschmolzenen Schwefel. Der Wasserstoff gelangt zusammen mit dem Schwefeldampf durch die Eintrittsöffnung (5) zu dem Katalysator (6), an dem die Umsetzung zu Schwefelwasserstoff stattfindet. Der Kontakt -- man verwendet einen Molybdänsulfid-Trägerkatalysator mit einer Körnung von 3 bis 4 mm -- wird durch

[1] B. Corenwinder, Ann. Chim. Physique (3) 34, 77 (1852); vgl. auch Liebigs Ann. Chem. 84, 225 (1852).

[2] A. Klemenc u. O. Bankowski, Z. anorg. allg. Chem. 208, 348 (1932).

[3] A. Klemenc: Die Behandlung und Reindarstellung von Gasen, Springer, Wien 1948.

[4] I.G.-Farbenindustrie AG., DRP. 558432 (1932).

[5] W. F. Giauque u. R. W. Blue, J. Amer. chem. Soc. 58, 831 (1936).

[6] J. P. Baxter, L. J. Burrage u. C. C. Tanner, J. Soc. chem. Ind. Trans. 53, 410 (1934).

[7] E. Pindur, Ingenieurarbeit, Leuna 1957.

[8] Hocker Chemical Corp., AP. 2863725 (1953).

das Gasgemisch auf seine Reaktionstemperatur erhitzt. Nach Passieren des Kontaktes erreicht das Gas das Steigrohr (7). Durch das Abscheidungsrohr (8) fließt der überschüssige Schwefel, der zur Erzielung eines völligen Umsatzes des

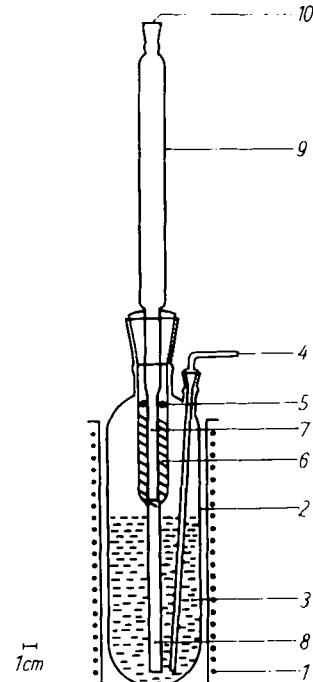


Abb. 1. Schwefelwasserstoff-Entwickler

Wasserstoffs und damit eines wasserstoff-freien Gases erforderlich ist, zu dem Schwefel-Vorrat zurück. In dem Luftkühler (9) werden letzte Reste des vom Schwefelwasserstoff mitgerissenen Schwefeldampfes kondensiert. Am Gasaustritt (10) wird der Schwefelwasserstoff entnommen.

Zum Schutz der Apparatur gegen Überdruck bei verschlossener Gasleitung oder Verstopfungen innerhalb der Apparatur wird eine Tauchung in die Wasserstoff-Zuleitung eingeschaltet. Die Schliffverbindungen des Reaktionsgefäßes bleiben ungefettet, eventuelle Undichtigkeiten beseitigen sich während des Betriebes durch hineinkondensierenden Schwefel. Eine Syntheseapparatur mit der in Abb. 1 gegebenen Abmessung gestattet, mit einer Schwefel-Füllung von etwa 1,2 kg 800 l Schwefelwasserstoff herzustellen. Es kann eine Gasmenge bis zu 300 l/h entnommen werden. Die Apparatur lässt sich deshalb auch in vielen halbtechnischen Anlagen verwenden. Der Entwickler erzeugt einen auch über lange Zeiten gleichmäßigen, in weiten Grenzen variierbaren Schwefelwasserstoff-Strom, der sofort unterbrochen und bei Bedarf wieder aufgenommen werden kann. Durch die Art der Darstellung arbeitet das Gerät sehr wirtschaftlich, und es entstehen keine Abfallprodukte. Eine Geruchsbelästigung bei der Neufüllung tritt praktisch nicht auf.

Eingegangen am 23. Oktober 1961 [A 185]