

Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen
Bestimmung des Quecksilbergehaltes
 Teil 1: Chemisorption an Iod, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

DIN
51865-1

ICS 75.160.30

Ersatz für
Ausgabe 1998-02

Deskriptoren: Gasförmiger Brennstoff, Quecksilber, Gehaltsbestimmung, Prüfung, AAS

Testing of gaseous fuels and other gases — Determination of mercury content —
 Part 1: Chemisorption on Iodine, atomic absorption spectrometry (AAS)

Essai de gaz combustibles et d'autres gaz — Détermination de la teneur en mercure —
 Partie 1: Chimisorption à lode, spectrométrie par absorption atomique (AAS)

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitskreis Quecksilberanalytik des Arbeitsausschusses NMP/FABERG 622 „Anforderungen an und Prüfung von Brenngasen“ im engen Kontakt mit dem Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) und den Normenausschüssen Bergbau (FABERG) und Gastechnik (NAGas), die als Mitträger auftreten, ausgearbeitet.

Angaben zur Präzision liegen noch nicht vor, sie werden z. Z. durch Ringversuche ermittelt.

DIN 51865 „Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen — Bestimmung des Quecksilbergehaltes“ besteht aus:

- Teil 1: Chemisorption an Iod, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)
- Teil 2: Verbrennung nach dem modifizierten Lingener-Verfahren, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)
- Teil 3: Absorption in Lösungen, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Februar 1998 wurde folgende Berichtigung vorgenommen:

- Positionsnummern in den Bildern 2, 4 und 5 an Text angepaßt.

Frühere Ausgaben

DIN 51865-1: 1998-02

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbergehaltes, ermittelt als Massenkonzentration in $\mu\text{g}/\text{m}^3$, in Brenngasen mit einer Massenkonzentration an Schwefelwasserstoff unter $500 \text{ mg}/\text{m}^3$, fest.

Die Ermittlung des Gehaltes an Quecksilber dient der

- Kontrolle der Gasbeschaffenheit;
- Überwachung von Gasreinigungsanlagen;
- Beurteilung der Korrosionseigenschaften;
- Beurteilung der toxischen Eigenschaften.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere

Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12244-1

Laborgeräte aus Glas — Kugelschliffe für austauschbare Verbindungen — Maße, Toleranzen

DIN 38406-12

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E) — Bestimmung des Quecksilbers (E 12)

DIN 51851

Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen — Berechnung des reduzierten Gasvolumens

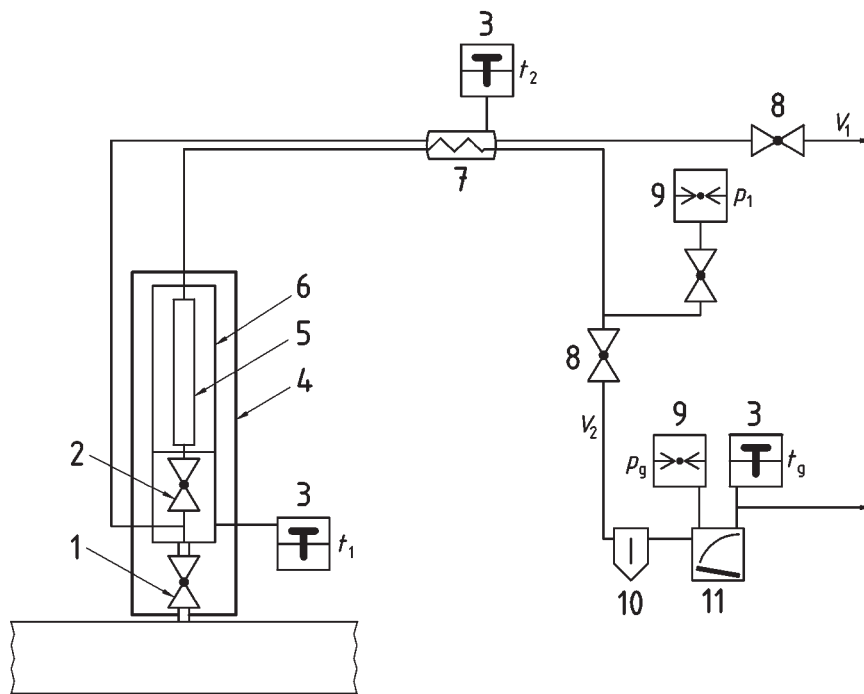
DIN 51853

Prüfung von Brenngasen — Probenahme

[1] Stahlschlüssel; Verlag Stahlschlüssel Wegst KG, Marbach

Fortsetzung Seite 2 bis 6

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN
 Normenausschuß Bergbau (FABERG) im DIN
 Normenausschuß Gastechnik (NAGas) im DIN



- | | | |
|----------------------|-----------------------------|-----------------------|
| 1 Probenahmeventil | 5 Probenahme-Röhrchen | 9 Druckmeßgerät |
| 2 Zellenventil | 6 Hochdruck-Probenahmezelle | 10 Abscheider |
| 3 Temperaturmeßgerät | 7 Wärmeaustauscher | 11 Gasvolumenmeßgerät |
| 4 Isolierung | 8 Entspannungsventil | |

Bild 1: Probenahmeapparat

3 Prinzip

Die Bestimmung des Quecksilbergehaltes in Gasen erfolgt durch Anreicherung unter Druck an einem mit Iod imprägnierten Trägermaterial. Das gebildete Quecksilberiodid wird mit einer Ammoniumiodid/Iod-Lösung ($\text{NH}_4\text{I}/\text{I}_2$) desorbiert, mit alkalischer Zinn(II)-chlorid (SnCl_2)-Lösung reduziert und mittels flammenloser Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) bestimmt.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm (01) zur Bestimmung des Quecksilbergehaltes (Hg) durch Chemisorption an Iod (I) unter Druck (p) und mit anschließender Detektion durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS):

Prüfung DIN 51865 — 01 — Hg — I — p — AAS

5 Geräte und Chemikalien

5.1 Geräte

- Übliches Laborgerät;
- Schlauchverbindungen aus Polyvinylacetat;
- AAS-Gerät, flammenlos, mit Quecksilberzusatz (Kalt-dampftechnik);
- Probenahmeapparat (siehe Bild 1)
Material der meßgasführenden Leitung: NiMo16Cr15W, Werkstoffnummer 2.4819 nach [1] oder PTFE;
- Hochdruck-Probenahmezelle (siehe Bild 2)
Material: Pos. Nr 12 und 13: X10CrNiMoTi 18 10, Werkstoffnummer 1.4571
Pos. Nr 14 und 15: NiMo16Cr15W, Werkstoffnummer 2.4819 nach [1]

ANMERKUNG: Für die Probenahmezelle wurde der Werkstoff NiMo16Cr15W gewählt, weil Ioddampf an Edelstahl Lochfraß verursacht. Dieser Werkstoff ist allerdings sehr teuer und er läßt sich auch sehr schlecht bearbeiten.

Es sollten daher auch nur die Teile der Probenahmezelle aus NiMo16Cr15W gefertigt werden, die mit Ioddampf in Berührung kommen und druckrelevant sind.

- Probenahme-Röhrchen aus Borosilicatglas (siehe Bild 3)
- Geräte, die nachweislich das gleiche Ergebnis erbringen, sind ebenfalls zugelassen;
- Gasvolumenmeßgerät, trockene Bauart;
- Glasapparatur zum Desorbieren der Probenahme-Röhrchen (siehe Bild 4).

5.2 Chemikalien

5.2.1 Allgemeines

Als Chemikalien sind mindestens solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ oder besonders quecksilberarme zu verwenden. Als Wasser ist bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades einzusetzen. Der Gehalt des Wassers und der Reagenzien an Quecksilber muß im Vergleich zum geringsten zu bestimmenden Gehalt vernachlässigbar klein sein.

5.2.2 Adsorption

- Iod (I), doppelt sublimiert;
- Pentan;
- Kieselgel, Korngröße: 0,2 bis 0,5 mm;