

Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen  
**Bestimmung des Gehaltes an Schwefelverbindungen**  
 Teil 4: Gehalt an Schwefelwasserstoff, Zinkacetat-Verfahren

**DIN**  
**51855-4**

ICS 75.160.30

Ersatz für Ausgabe 1979-01

Deskriptoren: Brennstoffe, gasförmig; Schwefelwasserstoff; Zinkacetat-Verfahren

Testing of gaseous fuels and other gases — Determination of sulfur compounds content — Part 4: Content of hydrogen sulfide, zinc acetate method

Essai des combustibles gazeux et autres gaz — Détermination de la teneur en composés du soufre — Partie 4: Dosage de l'hydrogène sulfuré, méthode à l'acétate de zinc

## Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuß NMP/FABERG 622 "Anforderungen an und Prüfung von Brenngasen" des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) in Zusammenarbeit mit dem Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP und den Normenausschüssen Bergbau (FABERG) und Gastechnik (NAGas) im DIN ausgearbeitet.

## Änderungen

Gegenüber der Ausgabe 1979-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Cadmiumacetat wurde durch Zinkacetat ersetzt
- Neu aufgenommen wurde die Bestimmung von Schwefelwasserstoff durch das photometrische Verfahren
- Der Text der Norm wurde unter Berücksichtigung der Festlegungen in der Norm DIN 1310 und der Normenreihe DIN 820 redaktionell überarbeitet.

## Frühere Ausgaben:

DIN 51855: 1962-12, 1979-01

## 1 Anwendungsbereich

Die in dieser Norm festgelegten Verfahren dienen der Bestimmung des Gehaltes von Schwefelwasserstoff (Dihydrogensulfid, H<sub>2</sub>S) in allen gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen.

Anwendung findet das photometrische Verfahren für niedrige Massenkonzentrationen an H<sub>2</sub>S bis 10 mg/m<sup>3</sup> Gas und das iodometrische Verfahren für Massenkonzentrationen an H<sub>2</sub>S über 1 mg/m<sup>3</sup> Gas.

Die Ermittlung des Gehaltes an Schwefelwasserstoff dient

- der Kontrolle der Gasbeschaffenheit,
- der Überwachung der Gasreinigungsanlagen und
- der Beurteilung der Korrosionsgefahr beim Gas-transport und bei der Gasverwendung.

## 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 12242-1

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

DIN 51848-1

Prüfung von Mineralölen — Präzision von Prüfverfahren — Allgemeines, Begriffe und ihre Anwendung auf Mineralölnormen, die Anforderungen enthalten

E DIN 51853

Prüfung von Brenngasen; Probenahme

## 3 Iodometrisches Verfahren

### 3.1 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Der Schwefelwasserstoff wird beim Durchleiten eines gemessenen Gasvolumens durch eine Zinkacetat-Lösung quantitativ in Zinksulfid überführt. Der Zinksulfidniederschlag wird anschließend abfiltriert, mit Salzsäure zersetzt und der rückgebildete Schwefelwasserstoff iodometrisch bestimmt.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

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

## 3.2 Geräte und Chemikalien

### 3.2.1 Geräte

- Übliches Laborgerät
- Druckmeßgerät (Barometer)
- Wattefilter für die Reinigung teer- und ölhaltiger Gase

### 3.2.2 Chemikalien

Als Chemikalien sind solche des Reinheitsgrades "zur Analyse" zu verwenden.

- Zinkacetat
- Essigsäure mit einem Massenanteil  $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$  (Eisessig)
- Natriumchlorid
- Stärke, löslich
- Salzsäure mit einem Massenanteil  $w(\text{HCl}) = 32\%$  und einer Dichte  $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$
- Iod-Lösung mit einer Stoffmengenkonzentration  $c(\frac{1}{2} \text{I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$
- Natriumthiosulfat-Lösung,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
- Absorptionslösung

Herstellung:

In einem 1000-ml-Meßkolben werden 23,9 g Zinkacetat in destilliertem Wasser gelöst, mit 5 ml Eisessig angesäuert und anschließend mit destilliertem Wasser bis zur Meßmarke aufgefüllt.

- Stärkelösung

Herstellung:

In einem 100-ml-Meßkolben werden 1 g Stärke und 25 g Natriumchlorid in destilliertem Wasser gelöst und anschließend mit destilliertem Wasser bis zur Meßmarke aufgefüllt.

## 3.3 Probenahme

Die Probenahme erfolgt nach E DIN 51853 als direkte diskontinuierliche Probenahme.

Teer- und ölhaltiges Gas wird unmittelbar vor dem Prüfgerät durch ein Wattefilter gereinigt.

## 3.4 Durchführung

Das zu untersuchende Gas wird mit einem konstanten Volumendurchfluß, der in Abhängigkeit vom Schwefelwasserstoffgehalt etwa 0,5 bis 2 l/min beträgt, durch zwei hintereinandergeschaltete, mit je etwa 100 ml Absorptionslösung gefüllte Gas-Waschflaschen so lange durchgeleitet, bis sich in der ersten Gas-Waschflasche ein deutlicher Niederschlag von Zinksulfid gebildet hat. Die Lösung der zweiten Gas-Waschflasche muß klar bleiben.

Das durchgeleitete Gasvolumen wird mit einem Gaszähler gemessen. Zur Berechnung des reduzierten Gasvolumens werden die Gastemperatur  $t_G$ , der Überdruck  $p_G$  sowie der Luftdruck  $p_L$  am Druckmeßgerät mindestens zu Beginn und am Ende der Bestimmung ermittelt.

Nach Beendigung des Gasdurchflusses wird der Inhalt beider mit Absorptionslösung gefüllter Gas-Waschflaschen filtriert. Das an der Wand der Gas-Waschflaschen und an den Einleitungsrohren anhaftende Zinksulfid wird mit 50 ml Essigsäure mit einem Massenanteil  $w(\text{CH}_3\text{COOH})$  von 0,5% auf das Filter gespült. Der Niederschlag wird zweimal mit dieser Essigsäure gewaschen und zusammen mit dem Filter in einen Erlenmeyerkolben gebracht. Bei Verwenden eines Wattefilters wird dieses nach der Probenahme mit destilliertem Wasser

ausgespült. Die Spüllösung wird mit der Zinkacetat-Lösung vereinigt. Nach Zugabe von 100 ml destilliertem Wasser, eines abgemessenen Überschusses an Iod-Lösung und 10 ml Salzsäure wird der Glasstopfen sofort aufgesetzt und der Kolben bis zur völligen Lösung des Zinksulfids geschüttelt. Dabei wird Elementarschwefel frei. Das Vorliegen des erforderlichen Iodüberschusses ist an dem Bestehenbleiben einer Gelb- oder Braunfärbung zu erkennen. Bleibt die Färbung nicht bestehen, so ist die Probe zu verwerfen und die Untersuchung zu wiederholen.

Die an dem Glasstopfen und an der Wand des Erlenmeyerkolbens anhaftende Flüssigkeit wird mit destilliertem Wasser in die Lösung gespült. Das nicht umgesetzte Iod ist mit Natriumthiosulfat-Lösung zunächst bis zur merklichen Aufhellung der Braunfärbung und nach anschließender Zugabe von 2 ml Stärkelösung bis zum Verschwinden der Blaufärbung zu titrieren.

## 3.5 Auswertung

Der Schwefelwasserstoffgehalt wird als Massenkonzentration  $\beta(\text{H}_2\text{S})$  in  $\text{mg/m}^3$  nach den Gleichungen (1) und (2) berechnet.

Berechnung des Volumens des Gases  $V_G$  in  $\text{m}^3$ :

$$V_G = \frac{(V_E - V_A) \cdot (p_L + p_G - p(\text{H}_2\text{O})) \cdot 273,15}{(273,15 + t_G) \cdot 1013,25} \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

- $V_E$  Meßwert des Gaszählers zum Ende der Messung in  $\text{m}^3$
- $V_A$  Meßwert des Gaszählers zu Beginn der Messung in  $\text{m}^3$
- $p_L$  Luftdruck in mbar
- $p_G$  Überdruck im Gaszähler in mbar (gemittelt über die Probenahmedauer)
- $t_G$  Gastemperatur im Gaszähler in  $^\circ\text{C}$  (gemittelt über die Probenahmedauer)
- $p(\text{H}_2\text{O})$  Wasserdampfpartialdruck in mbar bei  $t_G$

Berechnung der Massenkonzentration  $\beta(\text{H}_2\text{S})$  in  $\text{mg/m}^3$ :

$$\beta(\text{H}_2\text{S}) = \frac{1,7 \cdot (V(\text{I}) - V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3))}{V_G} \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

- 1,7 1 ml Iod-Lösung,  $c(\frac{1}{2} \text{I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$ , entspricht 1,7 mg  $\text{H}_2\text{S}$
- $V(\text{I})$  Volumen der vorgelegten Iod-Lösung in ml
- $V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  Verbrauch an Natriumthiosulfat-Lösung in ml
- $V_G$  Volumen des Gases in  $\text{m}^3$

## 3.6 Präzision

(nach DIN 51848-1)

Zur Beurteilung der Zuverlässigkeit von Ergebnissen wird folgendes Merkmal benutzt:

### Wiederholbarkeit

(ein Beobachter, ein Gerät)

Werden von einem Beobachter zwei Ergebnisse unter Wiederholbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als den Wert in der Tabelle 1 unterscheiden.