

VEREIN
 DEUTSCHER
 INGENIEURE

Messen gasförmiger Immissionen
 Messen der Schwefelwasserstoff-Konzentration
 Molybdänblau-Sorptionsverfahren

VDI 2454

Blatt 1

Gaseous air pollution measurement.
 Measurement of hydrogen sulphide
 concentration.
 Molybdenum blue sorption method.

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung
 im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchs-
 verfahren unterworfen.*

Inhalt	Seite
Vorbemerkung	2
1 Grundlage des Verfahrens	2
2 Geräte und Chemikalien	2
2.1 Geräte	2
2.2 Chemikalien	3
3 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	4
4 Durchführen der Messung	4
4.1 Probenahme	4
4.2 Analytische Bestimmung	4
5 Kalibrierung und Überprüfen der Analysenfunktion	4
5.1 Ermitteln der Kalibrierfunktion	4
5.2 Überprüfen der Analysenfunktion	5
6 Berechnen des Ergebnisses	5
7 Verfahrenskenngrößen	5
7.1 Standardabweichung des Meßverfahrens	5
7.2 Relative Nachweisgrenze	5
7.3 Querempfindlichkeit	5
8 Ergebnisse einer Vergleichsmessung	5
9 Einsatzmöglichkeit und Wartung	6
Schrifttum	6

VDI-Kommission Reinhaltung der Luft
 Arbeitsgruppe Messen von Schwefelwasserstoff
 im Ausschuß Messen von Gasen

Frühere Ausgaben: 1.71 Entwurf;
 7.74;
 11.79 Entwurf

Alle Rechte vorbehalten © VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1982

Zu beziehen durch Beuth Verlag GmbH, Berlin und Köln

Vervielfältigung – auch für innerbetriebliche Zwecke – nicht gestattet

Vorbemerkung

Die Richtlinie VDI 2454 umfaßt mehrere Blätter. Sie gibt unter Bezug auf die allgemeinen Ausführungen der Richtlinie VDI 2450 „Messen von Emission, Transmission und Immission luftverunreinigender Stoffe“ [1] Anleitungen zur Immissionsmessung von Schwefelwasserstoff.

Die ausgewählten Meßverfahren werden in einzelnen Richtlinienblättern beschrieben.

Bisher sind erschienen:

VDI 2454 Blatt 1: Molybdänblau-Sorptionsverfahren,
Blatt 2: Methylenblau-Impingerverfahren.

Die Richtlinie VDI 2454 Blatt 4 „Kalibrierung von Analysenverfahren zur Messung von Schwefelwasserstoff-Immissionen“ wird z. Z. erarbeitet.

Die einzelnen Richtlinienblätter werden dem jeweiligen Stand der Technik angepaßt. Liegen über neue Meßverfahren genügend Erfahrungen vor, folgen weitere Richtlinienblätter, die in einschlägigen Fachzeitschriften angekündigt werden.

Schwefelwasserstoff gelangt z.T. aus natürlichen Zersetzungsprozessen pflanzlicher und tierischer Eiweißstoffe, z.T. aus technischen Prozessen der verschiedensten Industriezweige in die Atmosphäre. Der intensiv riechende Schwefelwasserstoff tritt vielfach in Begleitung noch geruchsintensiverer organischer Schwefelverbindungen (z.B. Thiole) auf, die jedoch bei der Messung nicht mit-erfaßt werden sollen.

1 Grundlage des Verfahrens [2; 3; 4; 5; 6]

Bei der Probenahme wird die zu untersuchende Luft durch ein Sorptionsrohr geleitet, das mit Silbersulfat und Kaliumhydrogensulfat präparierte Glasperlen enthält. Der in der Probeluft vorhandene Schwefelwasserstoff wird quantitativ als Silbersulfid gebunden. Aus diesem Silbersulfid wird bei der analytischen Bestimmung mit zinn(II)-chloridhaltiger Salzsäure Schwefelwasserstoff freigesetzt, der mit Ammoniummolybdat in schwefelsaurer Lösung zu Molybdänblau reagiert. Die Farbintensität der Lösung wird photometrisch gemessen.

2 Geräte und Chemikalien

2.1 Geräte

Für die Probenahme:

<i>Ansaugsonde</i>	aus Geräteglas, PTFE oder Polyethylen
<i>Sorptionsrohr</i>	aus Glas (Bild 1), gefüllt mit präparierten Glaskugeln ¹⁾
<i>Gasmengenzähler</i>	mit Thermometer, für einen Volumenstrom z.B. bis zu 2,5 m ³ /h

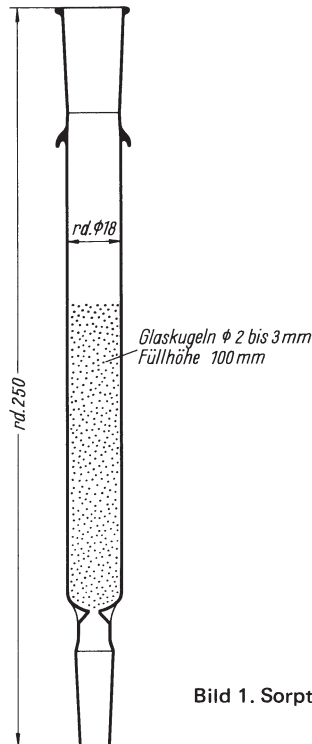


Bild 1. Sorptionsrohr für Schwefelwasserstoff

<i>Wärmeaustauscher</i>	z.B. Kupfer-Doppelrohrwendel 2 × 4 m lang, Innendurchmesser 8 mm, Wandstärke 1 mm
<i>Pumpe</i>	Fördervermögen etwa 2 m ³ /h
<i>Barometer</i>	zur Messung des Luftdruckes am Meßort
<i>Thermometer</i>	zur Messung der Außentemperatur
<i>Verbindungsleitungen</i>	aus wechselwirkungsfreiem Material, z. B. Geräteglas, PTFE oder Polyethylen; Gummileitungen dürfen nicht verwendet werden
Für die Desorption:	
<i>Desorptionsapparatur</i> ²⁾ (Bild 2 und 3) bestehend aus:	
<i>Druckgasbehälter</i>	mit Reinstickstoff gefüllt
<i>Feindruck-Regler</i>	
<i>Volumenstrommesser</i>	für einen Volumenstrom von etwa 10 l/h
<i>Absperrhahn</i>	
<i>1 Waschflasche</i>	Inhalt 100 ml nach Drechsel (DIN 12596)
<i>2 Waschflaschen</i>	Inhalt 100 ml nach Drechsel (DIN 12596) mit Glasfritte D2
<i>1 Waschflasche</i>	Inhalt 50 ml mit Glasfritte D2 (Halbmikrowaschflasche)
<i>Pumpe</i>	geeignet für einen konst. Volumenstrom von ca. 10 l/h bei den gegebenen Widerstandsverhältnissen in der Desorptionsapparatur ³⁾

¹⁾ Hersteller: z.B. Holgenberg, Malsfeld

²⁾ Hersteller: Lange & Rehberg, Bochum

³⁾ Hersteller: Wösthoff, Bochum (Mischpumpe, Type 18/3a, MV20 : 80)