

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Messen gasförmiger Immissionen  
Messen der Schwefelwasserstoff-Konzentration  
Methylenblau-Impingerverfahren

VDI 2454

Blatt 2

Gaseous air pollution measurement.  
Measurement of hydrogen sulphide concentration.  
Methylene blue Impinger method.

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

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

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

## 1 Grundlage des Verfahrens [1; 2; 3; 4]

Bei der Probenahme wird die zu untersuchende Luft mit hoher Geschwindigkeit durch einen mit einer Cadmiumhydroxid-Suspension beschickten Impinger gesaugt. Der in der Probeluft vorhandene Schwefelwasserstoff wird hierbei zu schwerlöslichem Cadmiumsulfid umgesetzt. Für die analytische Bestimmung wird die Lösung vom Niederschlag durch Dekantieren getrennt. Das im Niederschlag enthaltene Cadmiumsulfid wird in schwefelsaurer Lösung mit N,N-Dimethyl-p-phenylendiammoniumdichlorid und Eisen (III)-chlorid zu Methylenblau umgesetzt. Die Farbintensität der entstehenden Lösung wird photometrisch gemessen.

## 2 Geräte und Chemikalien

### 2.1 Geräte

Für die Probenahme:

*Ansaugsonde* aus Gerätéglass, PTFE oder Polyethylen

*Spezial-Impinger* Aufbau und Abmessungen entsprechend Bild 1 [5]. Es muß darauf geachtet werden, daß das Impingerunterteil (Mehrzweckgefäß) als Zentrifugengefäß verwendbar ist. Dabei soll die Weite des Schliffes nicht kleiner sein als NS 45. Die Gefäßform ist auf den verwendeten Zentrifugeneinsatz abzustimmen.

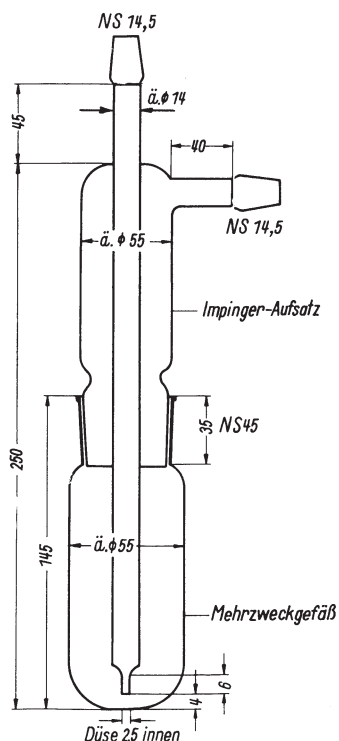


Bild 1. Impinger für Probenahmen zur H<sub>2</sub>S-Bestimmung

<i>Sicherheitswaschflasche</i>	zum Schutz der Pumpe und des Gasmengenzählers
<i>Gasmengenzähler</i>	mit Thermometer, geeignet für einen Volumenstrom von mindestens 2,5 m <sup>3</sup> /h
<i>Pumpe</i>	mit einstellbarem Fördervermögen (etwa 2,5 m <sup>3</sup> /h)
<i>Wärmeaustauscher</i>	z. B. Kupfer-Doppelrohrwendel 2 × 4 m lang, Innendurchmesser 8 mm, Wandstärke 1 mm
<i>Thermometer</i>	zur Messung der Außentemperatur
<i>Barometer</i>	zur Bestimmung des Luftdruckes am Probenahmeort

Für die Probenaufbereitung:

*Laborzentrifuge* Drehzahl mindestens 3000 min<sup>-1</sup>

Für die Analyse:

*Photometer* für Extinktionsmessungen mit Küvette der Schichtdicke 50 mm und bei einer Wellenlänge von 660 nm geeignet

### 2.2 Chemikalien<sup>1)</sup>

Alle Chemikalien sind in analysereiner Qualität einzusetzen.

*Absorptionslösung:*

Lösung A: 8,6 g Cadmiumsulfat (3 CdSO<sub>4</sub> · 8 H<sub>2</sub>O) in 1000 ml bidestilliertem Wasser

Lösung B: Natronlauge (c<sub>NaOH</sub> = 0,1 mol/l), mit bidestilliertem Wasser hergestellt

*Reagenzlösungen:*

Lösung C: 2,88 g N,N-Dimethyl-p-phenylendiammoniumdichlorid in 1000 ml verdünnter Schwefelsäure (1 : 1) gelöst, die mit bidestilliertem Wasser angesetzt ist. Kühl (bei etwa 5 °C) und im Dunkeln aufbewahrt, ist die Lösung etwa eine Woche haltbar

Lösung D: 8 g Eisen (III)-chlorid (FeCl<sub>3</sub> · 6 H<sub>2</sub>O) in 100 ml bidestilliertem Wasser

*Vergleichslösung für die Kalibrierung:*

Lösung E: Zur Herstellung der Vergleichslösung wird ein Natriumsulfid-Kristall (Na<sub>2</sub>S · 9 H<sub>2</sub>O) mit bidestilliertem Wasser gewaschen, mit Filterpapier getrocknet, anschließend gewogen (etwa 0,7 g) und in 1000 ml NaOH (Lösung B) gelöst

<sup>1)</sup> Die zur Anwendung kommenden Lösungen sind in Meßkolben herzustellen und werden jeweils mit dem angegebenen Lösungsmittel bis zur Marke aufgefüllt.