

VEREIN  
 DEUTSCHER  
 INGENIEURE

Messen gasförmiger Emissionen  
 Messen der Schwefelwasserstoff-Konzentration  
 Jodometrisches Titrationsverfahren

VDI 3486  
 Blatt 2

Measurement of gaseous emission.  
 Measurement of the hydrogen sulfide  
 concentration.  
 Iodometric titration method.

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

Inhalt	Seite
Vorbemerkung . . . . .	2
<b>1. Grundlage des Verfahrens</b> . . . . .	<b>2</b>
<b>2. Geräte und Chemikalien</b> . . . . .	<b>2</b>
2.1. Geräte für die Probenahme . . . . .	2
2.2. Geräte für die analytische Bestimmung . . . . .	2
2.3. Chemikalien . . . . .	2
<b>3. Aufbau des Meßplatzes</b> . . . . .	<b>2</b>
<b>4. Durchführen der Messung</b> . . . . .	<b>3</b>
4.1. Probenahme . . . . .	3
4.2. Analytische Bestimmung . . . . .	3
<b>5. Aufstellen der Analysenfunktion</b> . . . . .	<b>3</b>
<b>6. Berechnen des Ergebnisses</b> . . . . .	<b>3</b>
<b>7. Verfahrenskenngrößen</b> . . . . .	<b>4</b>
<b>8. Einsatzmöglichkeit</b> . . . . .	<b>4</b>
Schrifttum . . . . .	4

VDI-Kommission Reinhaltung der Luft  
 Arbeitsgruppe Messen von H<sub>2</sub>S und Mercaptanen  
 im Ausschuß Messen von Gasen

Frühere Ausgabe: 12.76 Entwurf

Alle Rechte vorbehalten © VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1979

Zu beziehen durch Beuth Verlag GmbH, Berlin und Köln

Lizenzierte Kopie von elektronischem Datenträger

Vervielfältigung – auch für innerbetriebliche Zwecke – nicht gestattet

## Vorbemerkung

Die Richtlinie VDI 3486 umfaßt mehrere Blätter. Sie gibt unter Bezug auf die allgemeinen Ausführungen der Richtlinie VDI 2450 „Messen von Emission, Transmission und Immission luftverunreinigender Stoffe“ Anleitungen zum Messen von Schwefelwasserstoff an der Quelle (Austrittsstelle).

Die ausgewählten Meßverfahren werden in einzelnen Richtlinienblättern beschrieben:

Blatt 1: Messen der Schwefelwasserstoff-Konzentration. Potentiometrisches Titrationsverfahren

Blatt 2: —. Jodometrisches Titrationsverfahren

Blatt 3: —. Colorimetrisches Verfahren (Monocolor-Analysator).

Die einzelnen Blätter werden dem jeweiligen Stand der Technik angepaßt. Sobald über andere Meßverfahren und -geräte genügend Erfahrungen vorliegen, werden weitere Richtlinienblätter herausgegeben.

Schwefelwasserstoff tritt bei einer Reihe von technischen Prozessen der verschiedensten Industriezweige (z. B. Chemiefaser-Herstellung, Kokereibetriebe, Raffinerien) auf.

Zur Erfassung der Emission in Masse pro Zeiteinheit ist es erforderlich, die Konzentration des luftverunreinigenden Stoffes im Abgas und den Volumenstrom zu bestimmen. Die vorliegenden Richtlinienblätter behandeln ausschließlich Meßverfahren zur Bestimmung der Konzentration. Sie wird in Masse/Volumen (z. B.  $\text{mg}/\text{m}^3$  bezogen auf den Normzustand) oder als Volumengehalt (z. B. ppm) angegeben.

Im Gegensatz zu Immissionsmessungen liegen bei Emissionsmessungen je nach Quelle oder Herkunft stark differierende Zusammensetzungen des Meßgutes vor. Dies bedingt eine Anpassung der Probenahme und des auszuwählenden Analysenverfahrens an die jeweiligen Verhältnisse. Bei verschiedenen Quellen ist daher stets zu prüfen, ob die in der vorgelegten Richtlinie auf die Erfassung des Schwefelwasserstoff-Gehaltes abgestimmten Meßverfahren in gleicher Weise eingesetzt werden können [1].

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

Das zu untersuchende Gas wird durch eine Cadmiumacetat-Lösung geleitet. Der im Probegas enthaltene Schwefelwasserstoff wird hierbei quantitativ zu Cadmiumsulfid umgesetzt. Dieses wird jodometrisch bestimmt.

## 2. Geräte und Chemikalien

### 2.1. Geräte für die Probenahme, Bild 1

#### Entnahmesonde

beheizt, aus korrosionsbeständigem Material z. B. Quarz oder Stahl (Werkstoff Nr. 1.4571)

#### Quarzwollefilter

beheizt; Länge etwa 150 mm, Durchmesser etwa 10 bis 15 mm

#### Zwei Gaswaschflaschen

nach Drechsel mit einfachem Einleitungsrohr;  
Inhalt je 250 ml

#### Saugpumpe

mit einem Fördervermögen von etwa 50  $\ell/\text{h}$  unter den gegebenen Druckverhältnissen

#### Gasmengenzähler

geeignet für einen Volumenstrom von etwa 60  $\ell/\text{h}$

#### Thermometer

zum Messen der Temperatur im Gasmengenzähler

#### Barometer

zum Messen des Luftdrucks am Meßort

## 2.2. Geräte für die analytische Bestimmung

#### Meßbürette

farblos, 25 ml, Teilung 0,05 ml/Skalenteil

#### Erlenmeyerkolben

weithalsig, mit eingeschliffenem Stopfen; Inhalt etwa 300 ml

## 2.3. Chemikalien

Alle Chemikalien sind in analysenreiner Qualität einzusetzen.

#### Cadmiumacetat-Lösung

25 g Cadmiumacetat  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cd} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in einem 1- $\ell$ -Meßkolben mit etwas bidestilliertem Wasser lösen, 70 ml Eisessig zugeben und auf 1  $\ell$  auffüllen.

0,02 n Jod-Lösung

0,02 n Natriumthiosulfat-Lösung

#### Salzsäure

konz. Salzsäure, 1 : 1 mit bidestilliertem Wasser verdünnt.

#### Essigsäure

30 ml Eisessig im 1- $\ell$ -Meßkolben mit bidestilliertem Wasser auf 1  $\ell$  auffüllen

#### Stärke-Lösung

1 g Stärke, 25 g NaCl in 100 ml bidestilliertem Wasser lösen.

## 3. Aufbau des Meßplatzes, Bild 1

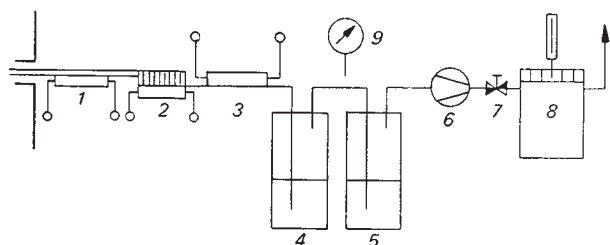


Bild 1. 1 Entnahmesonde, beheizt  
2 beheiztes Filter mit Quarzwollefüllung  
3 Probegasleitung, beheizt  
4; 5 Gaswaschflaschen mit einfachem Einleitungsrohr  
6 Saugpumpe  
7 Drosselventil  
8 Gasmengenzähler mit Thermometer  
9 Barometer