

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Messen gasförmiger Emissionen  
Messen der Schwefelkohlenstoff-Konzentration  
Jodometrisches Titrationsverfahren

VDI 3487

Blatt 1

Gaseous emission measurement.  
Measurement of carbon disulfide concentration.  
Iodometric titration method.

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung  
im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsver-  
fahren unterworfen.*

Frühere Ausgabe: 5.77 Entwurf

Alle Rechte vorbehalten © VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1978

Zu beziehen durch Beuth Verlag GmbH, Berlin und Köln

Inhalt	Seite
Vorbemerkung . . . . .	2
<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 des Meßplatzes</b> . . . . .	2
<b>4. Durchführen der Messung</b> . . . . .	3
4.1. Probenahme . . . . .	3
4.2. Analytische Bestimmung . . . . .	3
<b>5. Aufstellen der Analysenfunktion</b> . . . . .	3
<b>6. Berechnen des Ergebnisses</b> . . . . .	3
<b>7. Verfahrenskenngrößen</b> . . . . .	3
<b>8. Einsatzmöglichkeit</b> . . . . .	4
Schrifttum . . . . .	4

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

## Vorbemerkung

Die Richtlinie VDI 3487 ist in mehrere Blätter aufgeteilt. Sie gibt unter Bezug auf die allgemeinen Ausführungen der Richtlinie VDI 2450 Blatt 1 [1] Anleitungen zum Messen von Schwefelkohlenstoff an der Quelle (Austrittsstelle).

In den einzelnen Richtlinienblättern werden ausgewählte Meßverfahren beschrieben, über die genügend Erfahrungen vorliegen und die sich in der Praxis bewährt haben.

Das vorliegende Blatt 1 behandelt das Messen der Schwefelkohlenstoff-Konzentration nach dem jodometrischen Titrationsverfahren.

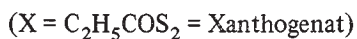
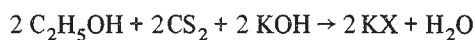
Schwefelkohlenstoff tritt bei einer Reihe von technischen Prozessen auf (z.B. zusammen mit Schwefelwasserstoff bei der Viskoseverarbeitung).

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 Schwefelkohlenstoff-Gehaltes abgestimmten Meßverfahren in gleicher Weise eingesetzt werden können [2].

## 1. Grundlage des Verfahrens [3; 4; 5]

Bei der Probenahme wird das zu untersuchende Gas zunächst durch eine Cadmiumacetat-Lösung geleitet, um etwa vorhandenen Schwefelwasserstoff zu absorbieren. Die Bestimmung des Schwefelwasserstoffes kann nach Richtlinie VDI 3486 Bl. 2 und Bl. 3 [6; 7] erfolgen. Der Schwefelkohlenstoff wird in äthanolischer Kalilauge als Kaliumäthylxanthogenat gebunden. Das Kaliumäthylxanthogenat wird mit einer eingestellten Jod-Lösung titriert.

Den bei der Absorption bzw. Titration ablaufenden Reaktionen liegen folgende Schemata zugrunde:



## 2. Geräte und Chemikalien

### 2.1. Geräte

#### Entnahmesonde

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

#### Quarzwollefilter

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

#### Zwei Gaswaschflaschen

nach Drechsel, Form A  
(mit einfachem Einleitungsrohr);  
Inhalt je 250 ml

#### Zwei Gaswaschflaschen

mit Fritte D2,  
Inhalt je 150 ml

#### Saugpumpe

für einen Volumenstrom von etwa 50 l/h unter den gegebenen Druckverhältnissen

#### Gasmengenzähler

geeignet für einen Volumenstrom von etwa 60 l/h

#### Thermometer

zum Messen der Temperatur im Gasmengenzähler

#### Barometer

zum Messen des absoluten Luftdruckes am Probenahmeort

#### Meßbürette

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

#### Erlenmeyerkolben

weithalsig; Inhalt etwa 300 ml

## 2.2. Chemikalien

Alle im folgenden genannten Reagenzien werden in analysenreiner Qualität eingesetzt.

#### Lösung A

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

#### Lösung B

ca. 1 n äthanolische Kalilauge; 60 g Kaliumhydroxid (KOH) werden in 50 ml bidestilliertem Wasser gelöst und mit Äthanol zu 1 l aufgefüllt;

#### Lösung C

1 g Stärke; 25 g NaCl in 100 ml bidestilliertem Wasser lösen;

#### Lösung D

0,02 n Jod-Lösung;

#### Lösung E

1 g Phenolphthalein, gelöst in 1 l Äthanol;

Natriumacetat-trihydrat  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$

Essigsäure 96 %

## 3. Aufbau des Meßplatzes, Bild 1

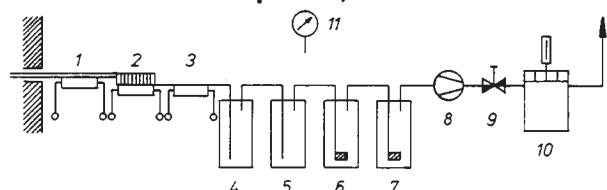


Bild 1. Beispiel für eine Probenahmeeinrichtung

- |      |  |
|------|--|
| 1    | Entnahmesonde, beheizt                         |
| 2    | beheiztes Filter mit Quarzwollefüllung         |
| 3    | Probegasleitung, beheizt                       |
| 4, 5 | Gaswaschflaschen mit einfachem Einleitungsrohr |
| 6, 7 | Gaswaschflaschen mit Fritte                    |
| 8    | Saugpumpe                                      |
| 9    | Drosselventil                                  |
| 10   | Gasmengenzähler mit Thermometer                |
| 11   | Barometer                                      |