

Prüfung fester Brennstoffe
Bestimmung des Fluorgehaltes

DIN
51723

ICS 75.160.10

Ersatz für
DIN 51723:1988-05

Testing of solid fuels — Determination of fluorine content

Essai des combustibles solides — Dosage du fluor

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 581/FABERG „Prüfung fester Brennstoffe“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) in Zusammenarbeit mit dem Normenausschuss Bergbau (FABERG) ausgearbeitet.

In dieser Norm werden zwei Aufschlussverfahren angegeben, die geeignet sind, das im Brennstoff gebundene Fluor in Lösung zu bringen. Der Gehalt in den Aufschlusslösungen kann mit verschiedenen Methoden bestimmt werden, z. B. fluorionensensitive Elektrode oder Ionenchromatographie. In dieser Norm wird eine Ionenchromatographie-Endbestimmung beschrieben.

Änderungen

Gegenüber DIN 51723:1988-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Aufschlussverfahren der Wasserdampfdestillation gestrichen und den Aufschluss in der Sauerstoffbombe neu aufgenommen;
- b) die Beschreibung der Endbestimmung mittels fluorionensensitiver Elektrode durch die Ionenchromatographie ersetzt;
- c) die Bestimmungsgrenze von 0,004 % auf 0,002 % herabgesetzt;
- d) ein Abschnitt „Bezeichnung“ wurde aufgenommen;
- e) redaktionelle Anpassungen durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN 51723: 1988-05

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Normenausschuss Bergbau (FABERG) im DIN

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung des Fluorgehalts in Steinkohlen, Koks, Braunkohlen, Ligniten, Briketts und Holzkohlen.

Die Verfahren sind geeignet zur Bestimmung von Fluorgehalten $\geq 0,002$ % Massenanteil.

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 (einschließlich Änderungen).

DIN 51701-2, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Durchführung der Probenahme.*

DIN 51701-3, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Durchführung der Probenvorbereitung.*

DIN 51724-1, *Prüfung fester Brennstoffe — Bestimmung des Schwefelgehaltes — Teil 1: Gesamtschwefel.*

DIN EN ISO 10304-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie — Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995.*

3 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens A nach dieser Norm zur Bestimmung des Fluorgehaltes in festen Brennstoffen:

Verfahren DIN 51723 – A

Für Verfahren B gilt entsprechend der Kennbuchstabe B am Ende der Bezeichnung.

4 Probenahme und Probenvorbereitung

Nach DIN 51701-2 und DIN 51701-3.

5 Bestimmung des Fluorgehaltes nach Verbrennung im wasserdampfbeladenen Sauerstoffstrom – Pyrohydrolyse (Verfahren A)

5.1 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Analysenprobe wird im feuchten Sauerstoffstrom verbrannt. Die Verbrennungsgase werden in eine Absorptionsvorlage geleitet, in der das gebildete Fluorid aufgefangen wird. Die Endpunktbestimmung erfolgt ionenchromatographisch. Andere gleichwertige Verfahren sind zugelassen.

5.2 Geräte

- Verbrennungsröhr aus Kieselglas, Absorptionsvorlage und Aufsatzgefäß nach DIN 51724-1
- Porzellanschiffchen mit Öse
- Quarzstab mit Eisenstück nach DIN 51724-1
- Magnet
- Rohrofen, elektrisch bis auf 1 300 °C beheizbar, etwa 300 mm lang, Verbrennungszone auf 1 250 °C regelbar
- Sauerstoffeinleitungsstück, bestehend aus einem durchbohrten Siliconstopfen mit Glasrohr
- Ionenchromatograph (IC)

5.3 Chemikalien

Es sind ausschließlich Chemikalien von bekannter analytischer Reinheit sowie voll entsalztes Wasser zu verwenden. Lösungen ohne Angabe des Lösemittels sind wässrige Lösungen.

- Sauerstoff, mit einem Volumenanteil von mindestens 99,5 %
- Verbrennungshilfsmittel, z. B. fluoridfreie Spektralkohle
- Eisen(III)-phosphat, gekörnt
- Natronlauge, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$

5.4 Durchführung

Rohrofen so einregeln, dass in der Verbrennungszone eine Temperatur von $(1\,250 \pm 25) \text{ °C}$ herrscht.

Verbrennungsröhr so in den Rohrofen einführen, dass der herausragende senkrechte Teil sich möglichst nahe am Ofen befindet, um in diesem Teilstück die Kondensation von Verbrennungsgasen zu verhindern.

Sauerstoffstrom auf 60 L/h einregeln, zum Beladen mit Wasserdampf das Gas bei Raumtemperatur durch eine mit Wasser gefüllte Gaswaschflasche leiten.

Proben mit mehr als 30 % Asche mit 0,1 g bis 0,2 g fluoridfreier Spektralkohle überschichten, um eine gleichmäßige Verbrennung zu erzielen.

Je nach Fluorgehalt 50 mg bis 1 000 mg der Analysenprobe auf 0,1 mg in ein Porzellanschiffchen einwiegen, mit etwa 200 mg Eisen(III)-phosphat überschichten.

Porzellanschiffchen mit Quarzstab in das Verbrennungsröhr so weit einschieben, dass das Sauerstoffeinleitungsstück angeschlossen werden kann.

Absorptionsvorlage etwa mit 100 mL Wasser beschicken. Den pH-Wert der Absorptionslösung mit Natronlauge (2 mol/L) gegen Methylorange als Indikator neutral halten.

Porzellanschiffchen mit Probe und Quarzstab mit Hilfe des Magneten in die Verbrennungszone vorschieben.

Hochtemperaturkoksproben unmittelbar in die Verbrennungszone schieben.

Kohlenproben so weit in die Verbrennungszone einschieben, dass die Zündung im vorderen Teil des Porzellanschiffchens erfolgt. Nach dem Durchglühen (etwa 1 min nach dem Zünden) Porzellanschiffchen zum vollständigen Verbrennen der Probe in die Verbrennungszone schieben.