

Prüfung fester Brennstoffe
Bestimmung des Schwefelgehaltes
Teil 1: Gesamtschwefel

DIN
51724-1

ICS 75.160.10

Ersatz für Ausgabe 1986-09

Testing of solid fuels – Determination of sulfur content – Part 1: Total sulfur
Essai des combustibles solides – Dosage du soufre – Partie 1: Soufre total

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuß NMP 691 „Prüfung fester Brennstoffe“ im Normenausschuß Materialprüfung (NMP) in Zusammenarbeit mit dem Normenausschuß Bergbau (FABERG) ausgearbeitet. Zusammenhang mit den von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Normen ISO 334 : 1992 und ISO 351 : 1996 + Cor 1 : 1996, siehe Anhang A.

In den Normen aus dem Bereich „Feste Brennstoffe“ wird von Wasser, Asche, Flüchtige Bestandteile usw. gesprochen. Gemeint sind jedoch immer die Massenanteile des jeweiligen Parameters/Stoffes im Produkt. Daher wird auch in dieser Norm im Titel von Gesamtschwefel gesprochen, gemeint ist damit der Massenanteil an Gesamtschwefel.

Die Anhänge A und B sind informativ.

DIN 51724 „Prüfung fester Brennstoffe – Bestimmung des Schwefelgehaltes“ besteht aus:

- Teil 1: Gesamtschwefel
- Teil 2: Spezies
- Teil 3: Instrumentelle Verfahren (z. Z. in Vorbereitung)

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe September 1986 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Bestimmung der Sulfat-Ionen in der Absorptionsflüssigkeit beim Verfahren A (Verbrennungsverfahren) geändert.
- b) Redaktionelle Anpassungen durchgeführt.
- c) Formelzeichen gemäß DIN 1310 angepaßt.

Frühere Ausgaben

DIN 51724: 1955-02, DIN 51724-1: 1975-08, 1986-09

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 Massenanteils an Gesamtschwefel in Steinkohlen, Koks, Braunkohlen, Ligniten, Briketts und Holzkohle.

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.

DIN 1333

Zahlenangaben

DIN 12242-1

Laborgeräte aus Glas – Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen, Maße, Toleranzen

DIN 12244-1

Laborgeräte aus Glas – Kugelschliffe für austauschbare Verbindungen, Maße, Toleranzen

DIN 12700-3

Laborgeräte aus Glas – Büretten – Büretten mit seitlichem Hahn

DIN 12904

Laborgeräte aus Hartporzellan – Tiegel und Tiegeldeckel

DIN 51701-2

Prüfung fester Brennstoffe – Probenahme und Probenvorbereitung – Teil 2: Durchführung der Probenahme

DIN 51701-3

Prüfung fester Brennstoffe – Probenahme und Probenvorbereitung – Teil 3: Durchführung der Probenvorbereitung

DIN 51718

Prüfung fester Brennstoffe – Bestimmung des Wassergehaltes und der Analysenfeuchtigkeit

DIN 51724-2

Prüfung fester Brennstoffe – Bestimmung des Schwefelgehaltes – Teil 2: Spezies

DIN EN ISO 4259

Mineralölerzeugnisse – Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259 : 1992 + Cor 1 : 1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259 : 1995

3 Begriff

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff:

3.1 Gesamtschwefel (eines festen Brennstoffes)

Der Gesamtschwefel eines festen Brennstoffes nach dieser Norm setzt sich zusammen aus dem anorganisch gebundenen Schwefel,

- Sulfidschwefel,
- Disulfidschwefel,
- Sulfatschwefel

und dem organisch gebundenen Schwefel.

ANMERKUNG: Die Bestimmung der Massenanteile dieser Bindungsarten ist in DIN 51724-2 festgelegt.

4 Kurzbeschreibung der Verfahren

4.1 Verfahren A (Verbrennungsverfahren)

Die Analysenprobe wird im Sauerstoffstrom verbrannt. Die entstehenden Schwefeloxide werden in einer Wasserstoffperoxid-Lösung absorbiert, die gebildete Schwefelsäure wird fällungs-titrimetrisch bestimmt.

ANMERKUNG: Es sind auch instrumentelle Schwefel-Bestimmungsgeräte erhältlich. Eine Norm hierüber ist in Vorbereitung.

4.2 Verfahren B (Aufschlußverfahren/Eschka-Verfahren)

Die Analysenprobe wird mit einer Eschka-Mischung aufgeschlossen, und die Sulfat-Ionen werden gewichtsanalytisch bestimmt.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Nach DIN 51701-2 und DIN 51701-3.

6 Verfahren A (Verbrennungsverfahren)

6.1 Geräte

Übliches Gerät sowie zusätzlich:

- Verbrennungsrohr aus Kieselglas, Absorptionsvorlage und Aufsatzgefäß (siehe Bild 1).
Die Fritten in der Absorptionsvorlage und dem Aufsatzgefäß müssen einen maximalen Porendurchmesser zwischen 90 und 150 µm haben.
- Porzellanschiffchen, Länge 70 mm, Breite 10 mm, Höhe 7 mm;
- Quarzstab mit Eisenstück (siehe Bild 2);
- Magnet;
- Rohröfen, elektrisch, mindestens bis auf 1 300 °C beheizbar, etwa 300 mm lang, dessen Temperatur auf $(1\,250 \pm 25)^\circ\text{C}$ geregelt werden kann;
- Druckminderventil;
- Strömungsmeßgerät;
- Sauerstoff-Einleitungsstück;
- Bürette nach DIN 12700-3 oder Kolbenhub-Bürette oder Titrator mit fotometrischer Endpunkterkennung; die Präzision ist nachzuweisen.

6.2 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien von bekannter analytischer Reinheit zu verwenden. Als Wasser ist stets destilliertes Wasser oder durch Ionenaustauschverfahren entsalztes Wasser zu verwenden. Lösungen ohne Angabe des Lösemittels sind wäßrige Lösungen.

- Wasserstoffperoxid-Lösung 1 % (Volumenanteil)
- Bariumperchlorat-Lösung $c(\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2) = 0,005 \text{ mol/l}$ in 2-Propanol/Wasser (leicht entzündlich: Flammpunkt 21 °C)
- Aceton
- 2-Propanol
- Spektralkohle mit einem Schwefelanteil unter 0,01 %
- Indikatoren:
- Sulfonazo III 0,1 % in Wasser
- Methylorange 0,04 % in Wasser
- Sauerstoff

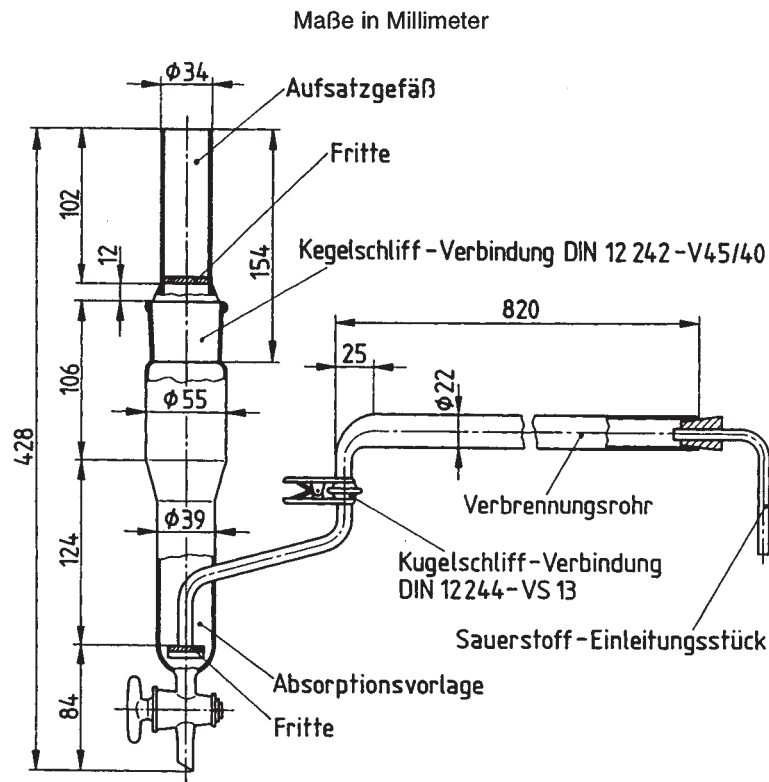


Bild 1: Gerät nach Verfahren A (Verbrennungsverfahren)

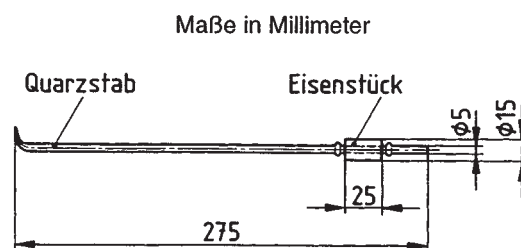


Bild 2: Quarzstab mit Eisenstück

6.3 Vorbereitung

Das Verbrennungsrohr so in den Rohrofen einführen, daß der herausragende senkrechte Teil des Verbrennungsrohres mit dem Kugelschliff sich möglichst nahe dem Ofen befindet, damit keine Kondensation stattfinden kann. Den Rohrofen so einregeln, daß in der Verbrennungszone eine Temperatur von $(1\,250 \pm 25)^\circ\text{C}$ herrscht.

Den Sauerstoff über ein Druckminderventil der Druckgasflasche entnehmen. Mit Hilfe eines Strömungsmeßgerätes den Sauerstoffstrom auf einen Durchfluß von 60 l/h einregeln.

Proben, die einen Ascheanteil von mehr als 30 % aufweisen, sind im Porzellanschiffchen mit 0,1 bis 0,2 g Spektralkohle zu vermischen. Dadurch wird eine gleichmäßige Verbrennung erzielt.

6.4 Durchführung

6.4.1 Allgemeines

Etwa 0,5 g der nach Abschnitt 5 vorbereiteten Analysenprobe in das Porzellanschiffchen auf 0,1 mg einwiegen. Das Porzellanschiffchen in das Verbrennungsrohr einsetzen

und mit Hilfe des Quarzstabes so weit vorschieben, daß das Verbrennungsrohr mit dem Sauerstoffeinleitungsstück verschlossen werden kann.

Die Absorptionsvorlage mit etwa 150 ml der Wasserstoffperoxid-Lösung beschicken und mit etwa 1 bis 2 Tropfen 2-Propanol versetzen, um eine bessere Verteilung der in der Absorptionslösung aufsteigenden Verbrennungsgase sicherzustellen. Nach Beginn des Sauerstoff-Einleitens das Aufsatzgefäß auf die Absorptionsvorlage aufsetzen und mit 20 ml der Wasserstoffperoxid-Lösung füllen.

Das Porzellanschiffchen mit der Probe, um Verpuffung zu vermeiden, zunächst nur so weit in das Verbrennungsrohr einschieben, daß die Zündung im vorderen Teil des Porzellanschiffchens erfolgt. Nach dem Durchglühen die Probe zum vollständigen Verbrennen in die Verbrennungszone schieben. Hochtemperaturkoksproben dürfen unmittelbar in die Verbrennungszone des Ofens eingebracht werden.

Werden Proben mit einem Schwefelanteil über 3 % untersucht, so empfiehlt es sich, eine kleinere Einwaage zu verwenden. Zur Verbesserung des Schmelzflusses ist gegebenenfalls mit Eisen(III)-phosphat zu überschichten.