

Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen
Bestimmung des Quecksilbergehaltes
Teil 3: Absorption in Lösungen
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

DIN
51865-3

ICS 75.160.30

Deskriptoren: Gasförmiger Brennstoff, Quecksilber, Gehaltsbestimmung, Prüfung, AAS

Testing of gaseous fuels and other gases —

Determination of mercury content —

Part 3: Absorption in solutions, atomic absorption spectrometry (AAS)

Essai de gaz combustibles et d'autres gaz —

Détermination de la teneur en mercure —

Partie 3: Absorption dans des solutions, spectrométrie par absorption atomique (AAS)

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitskreis Quecksilberanalytik des Arbeitsausschusses NMP/FABERG 622 "Anforderungen an und Prüfung von Brenngasen" im engen Kontakt mit dem Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) und den Normenausschüssen Bergbau (FABERG) und Gastechnik (NAGas), die als Mitträger auftreten, ausgearbeitet.

Angaben zur Präzision liegen noch nicht vor, sie werden z. Z. durch Ringversuche ermittelt.

DIN 51865 "Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen — Bestimmung des Quecksilbergehaltes" besteht aus:

- Teil 1: Chemisorption an Iod, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)
- Teil 2: Verbrennung nach dem modifizierten Lingener-Verfahren, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)
- Teil 3: Absorption in Lösungen, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Quecksilbergehaltes, ermittelt als Massenkonzentration in $\mu\text{g}/\text{m}^3$, in Brenngasen fest.

Die Ermittlung des Gehaltes an Quecksilber dient der

- Kontrolle der Gasbeschaffenheit;
- Überwachung von Gasreinigungsanlagen ;
- Beurteilung der Korrosionseigenschaften;
- Beurteilung der toxischen Eigenschaften.

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 12242-1

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

DIN 12778

Laborgeräte aus Glas — Laborthermometer, Skalenerwerte 1 °C und 2 °C

DIN 38406-12

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E) — Bestimmung des Quecksilbers (E 12)

DIN 51851

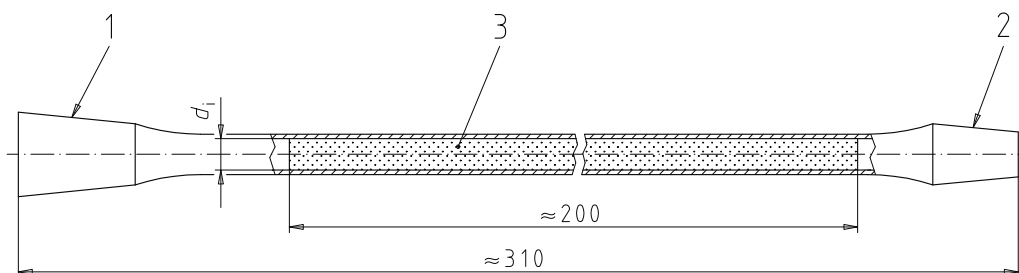
Prüfung von gasförmigen Brennstoffen und sonstigen Gasen — Berechnung des reduzierten Gasvolumens

DIN 51853

Prüfung von Brenngasen — Probenahme

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN
Normenausschuß Bergbau (FABERG) im DIN
Normenausschuß Gastechnik (NAGas) im DIN



- 1 Hülsenschliff DIN 12242 — HNS 19/26
- 2 Kernschliff DIN 12242 — KNS 10/19
- 3 Silberwolle oder Silberkontakt
- d_i innerer Rohrdurchmesser

Bild 1: Probenahme-Röhrchen

3 Prinzip

Die Bestimmung des Quecksilbergehaltes in Gasen erfolgt durch Anreicherung in einer schwefelsauren Kaliumpermanganat-Lösung oder einem Gemisch bestehend aus Salzsäure, Salpetersäure und Wasserstoffperoxid-Lösung. Enthält das zu untersuchende Gas größere Anteile an Stoffen, die die Absorptionslösung verbrauchen würden (z. B. ungesättigte Kohlenwasserstoffe), so ist die Anreicherung an Silberwolle bzw. Silberkontakt vorzunehmen. Durch anschließende Desorption wird das Quecksilber in die Absorptionslösung überführt. Die in der Absorptionslösung vorliegenden Quecksilberverbindungen werden mit einem Reduktionsmittel zum elementaren Quecksilber reduziert und mittels flammenloser Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) bestimmt.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm (03) zur Bestimmung des Quecksilbergehaltes (Hg) durch Absorption (A) in Lösungen und mit anschließender Detektion durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS):

Prüfung DIN 51865 — 03 — Hg — A — AAS

5 Geräte und Chemikalien

5.1 Geräte

- Übliches Laborgerät;
 - Schlauchverbindungen aus Polyvinylacetat;
 - AAS-Gerät, flammenlos, mit Quecksilberzusatz (Kalt dampftechnik);
 - Probenahme-Röhrchen aus Quarzglas (siehe Bild 1);
 - Elektrisch beheizter Rohrofen;
 - Beheizbares Entspannungsventil;
 - Hochdruck-T-Stück;
 - Gas-Waschflasche
- Volumen: 100 ml, mittlerer Porendurchmesser der Fritte 90 bis 150 μm ;
- Gasvolumenmeßgerät, trockene Bauart;
 - Thermometer, z. B. DIN 12778 LST-50/50;
 - Wärmeaustauscher.

5.2 Chemikalien

5.2.1 Allgemeines

Als Chemikalien sind mindestens solche des Reinheitsgrades "zur Analyse" oder besonders quecksilberarme zu verwenden. Als Wasser ist bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades einzusetzen. Der Gehalt des Wassers und der Reagenzien an Quecksilber muß im Vergleich zum geringsten zu bestimmenden Gehalt vernachlässigbar klein sein.

- Silberwolle oder Silberkontakt, mit einem Massenanteil $w(\text{Ag}) \approx 20\%$ auf Aluminiumoxid.

5.2.2 Absorption

5.2.2.1 Absorptionslösung I

- Schwefelsäure, Massenanteil $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 96\%$, Dichte $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$
- Kaliumpermanganat (KMnO_4)

Herstellung:

40 g Kaliumpermanganat werden in 1000 ml Wasser gelöst. 48 h nach der Herstellung ist diese Lösung vom abgesetzten Mangandioxid zu dekantieren. Diese Lösung ist in einer braunen Flasche lichtgeschützt aufzubewahren.

4 Volumenteile dieser Kaliumpermanganat-Lösung werden mit 1 Volumenteil Schwefelsäure, die im Verhältnis 1 : 1 mit Wasser gemischt wurde, zur Absorptionslösung vereinigt. Zur Vermeidung der Bildung von Mangandioxid wird diese Vereinigung erst unmittelbar vor der Probenahme in den Gas-Waschflaschen vorgenommen.

5.2.2.2 Absorptionslösung II

- Salzsäure, Massenanteil $w(\text{HCl}) = 32\%$, Dichte $\rho = 1,16 \text{ g/ml}$;
- Salpetersäure, Massenanteil $w(\text{HNO}_3) = 65\%$, Dichte $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$;
- Wasserstoffperoxidlösung, Massenanteil $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$.

Herstellung:

In einem 1000-ml-Meßkolben werden etwa 600 ml Wasser mit 200 ml Salzsäure und 40 ml Salpetersäure versetzt und mit Wasser aufgefüllt. Unmittelbar vor der Probenahme werden in der Gas-Waschflasche 50 ml dieser Mischung mit 5 ml Wasserstoffperoxidlösung versetzt.