

	Emissionen aus stationären Quellen Bestimmung der Massenkonzentration von Schwefeldioxid Wasserstoffperoxid/Bariumperchlorat/Thorin-Verfahren Deutsche Fassung ISO 7934 : 1989 und ISO 7934 : 1989/Amd.1 : 1998	 ISO 7934
Diese Norm ist Bestandteil des Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5 ICS 13.040.40 Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of sulfur dioxide – Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method Émissions des sources fixes – Détermination de la concentration en masse de dioxyde de soufre – Méthode au peroxyde d'hydrogène/perchlorate de baryum/Thorin Die Internationale Norm ISO 7934 : 1989 „Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of sulfur dioxide – Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method“ ist nach Einarbeitung der Ergänzung ISO 7934 : 1989/Amd.1 : 1998 „Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of sulfur dioxide – Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method, AMENDMENT 1“ unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden. Nationales Vorwort Die Internationale Norm ISO 7934 wurde vom Unterkomitee SC 1 „Emissionen aus stationären Quellen“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm war der Fachbereich IV „Umweltmesstechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss beteiligt. Im internationalen Dokument ISO 7934 : 1989 „Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of sulfur dioxide – Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method“ sind die folgenden Änderungen aus dem Dokument ISO 7934 : 1989/Amd.1 : 1998 „Stationary source emissions – Determination of the mass concentration of sulfur dioxide – Hydrogen peroxide/barium perchlorate/Thorin method, AMENDMENT 1“ in diese Deutsche Norm eingearbeitet worden: a) 4.4 Kaliumhydroxid, eingestellte volumetrische Lösung, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ b) Bild 1 – Beispiel eines Partikelfilters Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen oder anderen Unterlagen hingewiesen: ISO 3696 : 1987 siehe DIN ISO 3696 ISO 6895 : 1983 siehe DIN ISO 6879 Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise DIN ISO 3696 Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696 : 1987 DIN ISO 6879 Luftbeschaffenheit – Verfahrenskenngrößen und verwandte Begriffe für Messverfahren zur Messung der Luftbeschaffenheit (ISO 6879 : 1995) VDI 2462 Blatt 8 Messen gasförmiger Emissionen – Messen der Schwefeldioxid-Konzentration – H_2O_2-Thorin-Methode Fortsetzung Seite 2 bis 7 Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss		

Deutsche Übersetzung

Emissionen aus stationären Quellen

Bestimmung der Massenkonzentration von Schwefeldioxid Wasserstoffperoxid/Bariumperchlorat/Thorin-Verfahren

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweise	2
3 Grundlagen	3
4 Reagenzien	3
5 Geräte	3
6 Probenahme	4
7 Verfahren	5
7.1 Prüfung des Absorptionsgrades	5
7.2 Bestimmung	6
7.3 Herstellen von Blindwertlösung	6
7.4 Störungen	6
8 Angabe der Ergebnisse	6
8.1 Berechnung	6
8.2 Verfahrenskenngrößen	7
9 Untersuchungsbericht	7

Vorwort

ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds-körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 7934 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Wasserstoffperoxid/Bariumperchlorat/Thorin¹⁾-Verfahren zur Bestimmung der Massenkonzentration von Schwefeldioxid fest, das aus Verbrennungsanlagen und technischen Prozessen mit vernachlässigbaren Gehalten an Schwefeltrioxid und Schwefelsäure emittiert wird. Das Verfahren ist anwendbar für Mindestmassenkonzentrationen an Schwefeldioxid von 30 mg/m³, bezogen auf eine Probenahmedauer von normalerweise 30 min.

Bei Massenkonzentrationen von Schwefeldioxid größer als 2 000 mg/m³ beträgt das Volumen des zu untersuchenden Abgases, das durch die Probenahmeapparatur gesaugt wird, 30 l.

Substanzen, von denen bekannt ist, dass ihre Anwesenheit im zu untersuchenden Abgas und damit in der Abgasprobe die Titration beeinflusst, sind in 7.4 aufgeführt. Informationen über Verfahrenskenngrößen gibt 8.2.

Bei Massenkonzentrationen an Schwefeldioxid kleiner als 30 mg/m³ wird eine längere Probenahmedauer angewandt, als sie in dieser Internationalen Norm genannt wird.

Alle Konzentrationsangaben sind auf trockenes Abgas bei einer Temperatur von 273,1 K und einem Druck von 101,3 kPa bezogen.

2 Normative Verweise

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

¹⁾ Thorin ist auch bekannt unter den Namen Thoron oder Thoronol, dem Natriumsalz der 4-[(2-arsenophenyl)-azo]-3-hydroxy-2,7-naphthalindisulfonsäure.

ISO 3969 : 1987

Water for analytical laboratory use – Specification and test methods

ISO 6879 : 1995

Air quality – Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods

3 Grundlagen

Die Abgasprobe wird für eine vorgegebene Zeit durch eine Wasserstoffperoxidlösung geleitet. Das darin enthaltene Schwefeldioxid wird unter Bildung von Schwefelsäure absorbiert.

Der pH-Wert der Probenlösung wird entweder mit Kaliumhydroxidlösung oder mit Perchlorsäure auf den Wert von 3,5 eingestellt. Die Massenkonzentration der in dieser Lösung enthaltenen Sulfationen wird durch Titration mit Bariumperchloratlösung gegen Thorin als Indikator bestimmt und als Massenkonzentration an Schwefeldioxid angegeben.

4 Reagenzien

Bei der Analyse dürfen nur Reagenzien bekannter Reinheit sowie Wasser mit dem Reinheitsgrad 3 nach ISO 3696 verwendet werden.

Warnung: Die Reagenzien sind in Übereinstimmung mit den einschlägigen Gesundheits- und Sicherheitsvorschriften zu verwenden.

4.1 Propan-2-ol, $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$

4.2 Absorptionslösung

100 ml einer Wasserstoffperoxidlösung (H_2O_2) mit einem Massengehalt $w(\text{H}_2\text{O}_2)$ von 27 % bis 30 % werden in einen 1 000 ml-Messkolben gegeben. Man füllt mit Wasser bis zur Marke auf und mischt gut.

Die Lösung muss am Tage der Verwendung hergestellt werden.

4.3 Bariumperchlorat-Standardlösung

$c[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0,005 \text{ mol/l}$; eine kommerziell erhältliche Bariumperchloratlösung bekannter Konzentration wird verwendet. Wenn dies nicht möglich ist, kann die Lösung z. B. folgendermaßen hergestellt werden:

1,7 g wasserfreies Bariumperchlorat, $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$, werden in etwa 200 ml Wasser in einem 1 000-ml-Messkolben gelöst. Mit Propan-2-ol (4.1) wird aufgefüllt und dann gut gemischt.

Diese Lösung wird durch Titration gegen eine eingestellte Schwefelsäurelösung der Konzentration $c = 0,005 \text{ mol/l}$ genau eingestellt.

1 ml einer Bariumperchloratlösung der Konzentration $c = 0,005 \text{ mol/l}$ entspricht genau einer Masse an Schwefeldioxid von 0,320 33 mg.

4.4 Kaliumhydroxid

eingestellte volumetrische Lösung, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.5 Perchlorsäure

eingestellte volumetrische Lösung, $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.6 Thorin

Dinatriumsalz der 4-[(2-aronophenyl)-azo]-3-hydroxy-2,7-naphthalindisulfonsäure, Lösung mit einer Massenkonzentration von 2 g/l.

Diese Lösung ist in einer Flasche aus Quarzglas oder Polyethen aufzubewahren.

5 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte und

5.1 Probenahmeausrüstung

wie in 5.1.1 bis 5.1.13 festgelegt.

5.1.1 Probennahmesonde

Rohr aus Borosilicatglas oder Quarzglas mit Kugelschliff an einem Ende. Die Länge muss so gewählt werden, dass der (die) repräsentative(n) Messpunkt(e) im Messquerschnitt des Abgaskanals erreicht werden kann (können). Das Rohr muss mittels einer Heizmanschette auf mindestens 200 °C erhitzt werden können.

ANMERKUNG 1: Die Heizmanschette dient auch als Schutz der Probennahmesonde. Die Sonde sollte deshalb immer mit Heizmanschette benutzt werden.

ANMERKUNG 2: Ein Absperrventil vor dem ersten Absorber wird benötigt, um Verluste an Reagenzien zu vermeiden, wenn im Abgas bei der Probenahme ein Unterdruck herrscht.

5.1.2 Partikelfilter

Rohr aus Borosilicatglas oder Quarzglas mit Kugelschliffen an den Enden, dicht gepackt mit chemisch reiner Quarzwolle. Bild 1 zeigt beispielhaft ein geeignetes Partikelfilter.

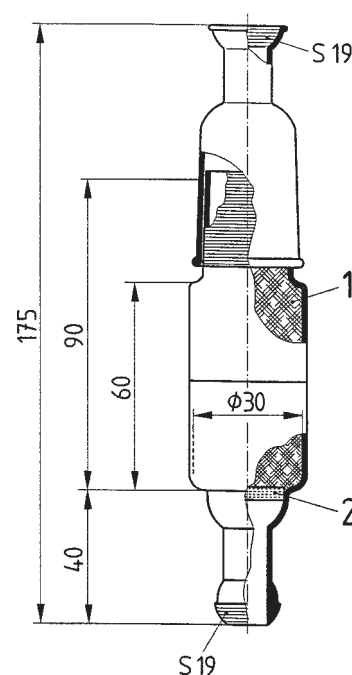


Bild 1 – Beispiel eines Partikelfilters

5.1.3 Absorber

Absorptionsflaschen nach Drechsel mit Fritteneinsatz aus gesintertem Glas (siehe Bild 2), Fassungsvermögen je nach Bedarf 100 ml oder 250 ml (siehe Tabelle 1). Die Porosität der Fritte muss so gewählt werden, dass ein Absorptionsgrad von mindestens 0,95 erreicht wird. Fritten mit Porengrößen zwischen 40 µm und 90 µm sind geeignet.

Der Absorptionsgrad jedes einzelnen Absorbers sollte zweimal jährlich nach 7.1 überprüft werden.

ANMERKUNG: Impinger dürfen verwendet werden, wenn ein Absorptionsgrad von mindestens 0,95 gewährleistet ist.