

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen gasförmiger Emissionen
Bestimmung von Schwefeltrioxid in
wasserdampfhaltigen Abgasen
Kondensationsverfahren
Measurement of gaseous emissions
Determination of sulphur trioxide in water
vapour containing exhaust gas
Condensation method

VDI 2462

Blatt 2 / Part 2

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.
Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

*The draft of this guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).
The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.*

Inhalt	Seite	Contents	Seite
Vorbemerkung	2	Preliminary note	2
Einleitung	2	Introduction	2
1 Anwendungsbereich	3	1 Scope	3
2 Grundlagen	3	2 Fundamentals	3
3 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör	3	3 Apparatus, operating materials and accessories	3
3.1 Geräte und Betriebsmittel für die Probennahme.	3	3.1 Apparatus and operating materials for sampling	3
3.2 Geräte und Chemikalien für die Probenaufbereitung	6	3.2 Apparatus and reagents for sample preparation	6
3.3 Geräte und Chemikalien für die Analyse	6	3.3 Apparatus and reagents for analysis	6
4 Probennahme	7	4 Sampling	7
4.1 Allgemeines	7	4.1 General	7
4.2 Probennahmeapparatur	7	4.2 Sampling apparatus.	7
4.3 Vorbereitung	8	4.3 Preparation	8
4.4 Durchführung	8	4.4 Procedure	8
4.5 Probenaufbereitung	9	4.5 Sample preparation	9
5 Analytische Bestimmung	10	5 Analytical Determination	10
5.1 Allgemeines	10	5.1 General	10
5.2 Ionenchromatografisches Verfahren.	10	5.2 Ion chromatographic method.	10
5.3 Titrimetrisches Verfahren (Thorin-Verfahren).	12	5.3 Titration method (Thorin method)	12
6 Störungen	13	6 Interferences	13
7 Verfahrenskenngrößen	13	7 Performance characteristics	13
Schrifttum	15	Bibliography	15

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5: Analysen- und Messverfahren II

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere das des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser VDI-Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechtes und unter Beachtung der Lizenzbedingungen (www.vdi-richtlinien.de), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser VDI-Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Einleitung

Die Emission von Schwefeloxiden (SO_x), insbesondere aus Verbrennungsprozessen, führt trotz des Einsatzes moderner Abgasreinigungstechniken zu einem nicht zu vernachlässigenden Emissionspotenzial. Bei der Zusammensetzung der emittierten Schwefeloxide dominiert im Allgemeinen Schwefeldioxid (SO_2). Gleichwohl ist Schwefeltrioxid (SO_3) – vorrangig beim Einsatz schwefelreicherer Brennstoffe – als Emissionskomponente von Bedeutung. Administrative Regelungen, z.B. 13. BImSchV, 17. BImSchV und TA Luft, fordern deshalb die Bestimmung des Summenparameters SO_x .

Für die Komponente Schwefeldioxid sind überwiegend kontinuierlich arbeitende Messeinrichtungen im Einsatz, die mithilfe des Standardreferenzverfahrens DIN EN 14791 kalibriert werden.

Die Komponente Schwefeltrioxid wurde bisher mit dem 2-Propanol-Verfahren nach VDI 2462 Blatt 7 sowie dem sogenannten „Shell-Verfahren“ [1] oder davon abgeleiteten Hausverfahren bestimmt. Da sich das Verfahren nach VDI 2462 Blatt 7 in der Praxis nicht bewährt hat, wurde die Richtlinie zurückgezogen. Vergleichsmessungen haben gezeigt, dass dieses Verfahren zu hohe Werte liefert.

In dieser Richtlinie wird ein manuelles Messverfahren beschrieben, mit dem Schwefeltrioxid über eine spezielle Probennahme bestimmt wird. Dabei wird Schwefeltrioxid in einem als SO_3 -Abscheidevorrichtung wirkenden temperierten Schlangenkühler („ SO_3 -Sammler“) als H_2SO_4 abgeschieden. Nach dem Ausspülen des SO_3 -Sammlers wird die erhaltene sulfathaltige Lösung titrimetrisch oder ionenchromatografisch analysiert.

Preliminary note

The content of this guideline has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the guideline VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this guideline without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions specified in the VDI Notices (www.vdi-richtlinien.de).

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this guideline.

Introduction

Despite the use of modern exhaust gas cleaning methods, the emission of sulphur oxides (SO_x), especially from combustion processes, still results in a significant potential for emissions which cannot be ignored. In the composition of the sulphur oxides emitted, it is generally sulphur dioxide (SO_2) which dominates. Sulphur trioxide (SO_3) is nevertheless significant as an emission component, especially when sulphur-rich fuels are used. Administrative regulations, such as the 13th and 17th Federal Immission Control Ordinances [BImSchV] and the Technical Instructions on Air Quality Control [TA Luft] for this reason require the sum parameter “total SO_x ” to be determined.

The component sulphur dioxide is usually determined with automated measuring systems which are calibrated using the standard reference method DIN EN 14791.

Until now the component sulphur trioxide has been determined using the 2-propanol method according to guideline VDI 2462 Part 7 and also the so-called “Shell method” [1] or by in-house methods derived from these. Since the method described in VDI 2462 Part 7 has not proved satisfactory in practice this guideline has been withdrawn. Comparative measurements have shown that the values determined were too high.

Guideline VDI 2462 Part 2 specifies a manual measurement method which uses a specific sampling technique to collect sulphur trioxide. The target compound is deposited as H_2SO_4 in a temperature-controlled coiled-tube condenser (“ SO_3 collector”) acting as a SO_3 separator. The SO_3 collector is flushed out and the resulting solution containing sulphate analyzed by titration or ion chromatography.

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter www.vdi.de/2462.

1 Anwendungsbereich

Das in dieser Richtlinie beschriebene manuelle Messverfahren erlaubt die Bestimmung der Massenkonzentration von gasförmigem Schwefeltrioxid in feuchten Abgasen aus Verbrennungsprozessen und anderen industriellen Prozessen. Das im Abgas enthaltene gasförmige Schwefeltrioxid wird bei einer Temperatur im Bereich zwischen 80 °C und 95 °C abgeschieden.

Das Verfahren ist für Konzentrationen bis ca. 50 mg/m³ validiert. Für trockene Abgase (z.B. Anlagen zur Herstellung von Schwefelsäure) ist das Verfahren nicht geeignet.

Dieses Verfahren ist ein Konventionsverfahren.

A catalogue of all available parts of this series of guidelines can be accessed on the internet at www.vdi.de/2462.

1 Scope

The manual measurement method specified in this guideline can be used to determine the mass concentration of gaseous sulphur trioxide in moist exhaust gases from combustion processes and other industrial processes. The gaseous sulphur trioxide present in the exhaust gas is deposited as H₂SO₄ at a temperature in the range between 80 °C and 95 °C.

The method has been validated for concentrations up to approx. 50 mg/m³. The method is not suitable for dry exhaust gases (for example, sulphuric acid production plants).

This method is a conventional method, i.e., it is not traceable to a primary standard.