

PALIWA ORAZ PRZETWORY WĘGLOWE I NAFTOWE	NORMA BRANZOWA	BN-65
	Paliwa gazowe Oznaczanie zawartości siarkowodoru	0543-05
		Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości siarkowodoru w gazach otrzymywanych z procesu termicznej przeróbki węgla oraz w gazie ziemnym przy użyciu roztworu octanu kadmu, będących pod:

- a) niskim ciśnieniem,
- b) zwiększonym ciśnieniem.

1.2. Określenia

1.2.1. Niskie ciśnienie - nadciśnienie gazu do 700 mm słupa wody.

1.2.2. Zwiększone ciśnienie - nadciśnienie gazu przekraczające 700 mm słupa wody.

1.2.3. Niskie stężenie siarkowodoru w gazie - stężenie siarkowodoru do 300 g/100 Nm³.

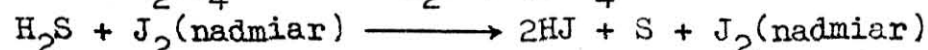
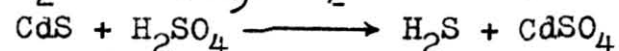
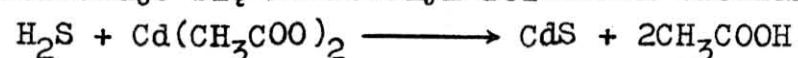
1.2.4. Wysokie stężenie siarkowodoru w gazie - stężenie przekraczające 300 g/100 Nm³.

1.3. Normy związane

BN-76/0541-09 Paliwa gazowe. Pomiar objętości za pomocą gazomierza laboratoryjnego

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na przepuszczeniu określonej ilości badanego gazu przez zakwaszony roztwór octanu kadmu i rozłożeniu wytrąconego osadu siarczku kadmu kwasem siarkowym w obecności mianowanego roztworu jodu, którego nadmiar odmiareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu.



2.2. Odczynniki i materiały

a) Octan kadmu cz.d.a. 10-procentowy roztwór sporządzony przez rozpuszczenie 100 g octanu kadmu w 500 cm³ wody, dodanie 100 cm³ kwasu octowego lodowatego i dopełnienie wodą do objętości 1000 cm³, stosowany przy gazach o niskim stężeniu siarkowodoru.

b) Octan kadmu cz.d.a. 4-procentowy roztwór sporządzony przez rozpuszczenie 40 g octanu kadmu w 500 cm³ wody, dodanie 100 cm³ kwasu octowego lodowatego i dopełnienie wodą do objętości 1000 cm³, stosowany przy gazach o wysokim stężeniu siarkowodoru.

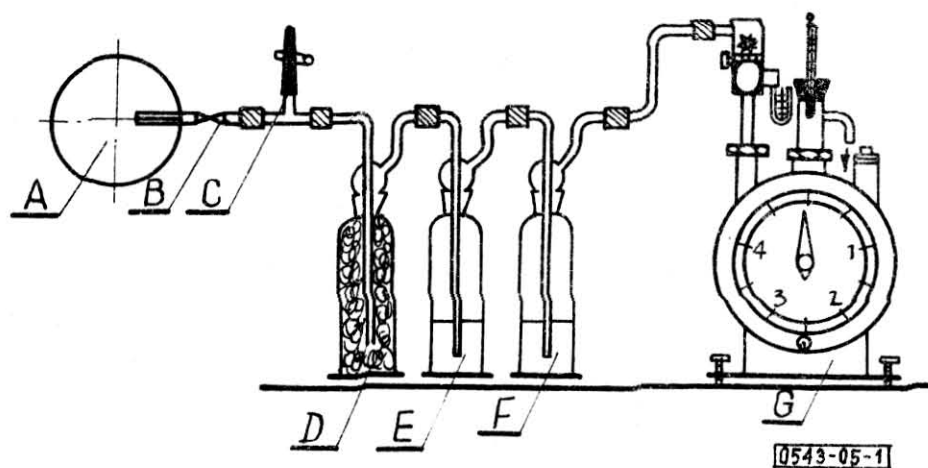
dowatego i dopełnienie wodą do objętości 1000 cm³, stosowany przy gazach o wysokim stężeniu siarkowodoru.

- c) Jod cz.d.a. roztwór 0,1N,
- d) Kwas siarkowy cz.d.a. rozcieńczony 1 : 4,
- e) Tiosiarczan sodowy cz.d.a. roztwór 0,1N.
- f) Skrobia, roztwór 0,5-procentowy.
- g) Wata szklana.

2.3. Aparatura

2.3.1. Aparatura dla gazów pod niskim ciśnieniem wg rys. 1, w skład której wchodzi:

- a) źródło gazu A,
- b) kurek próbny B,
- c) ściskacz C,
- d) 3 płuczki gazowe D, E, F pojemności 250 cm³,
- g) gazomierz laboratoryjny mokry G z pełnym wyposażeniem.



Rys. 1

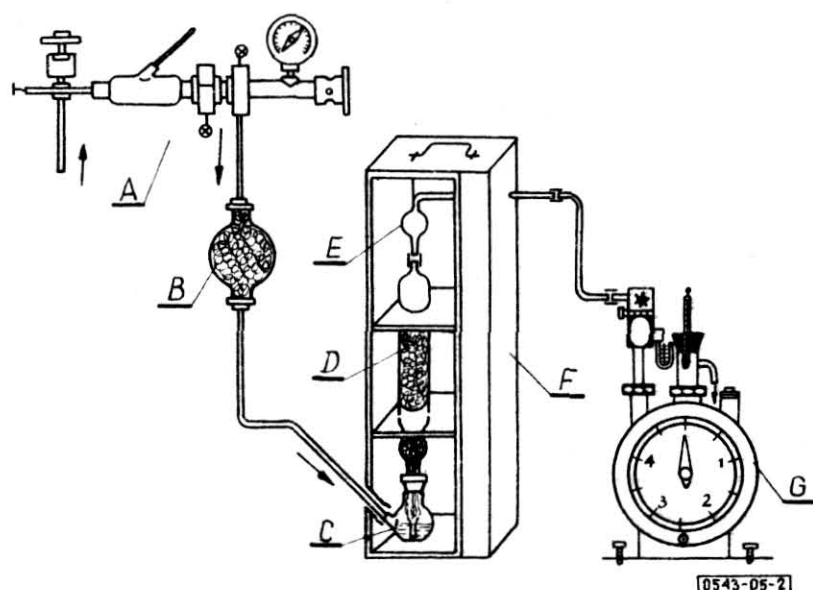
2.3.2. Aparatura dla gazów pod zwiększonym ciśnieniem wg rys. 2, w skład której wchodzi:

- a) reduktor ciśnienia A,
- b) filtr B wypełniony watą szklaną,
- c) kolba C pojemności 500 cm³ (szczegółowy wygląd wg rys. 3),
- d) kolumna absorpcyjna D wypełniona perełkami szklanymi (szczegółowy wygląd wg rys. 4),
- e) łapacz kropel E (szczegółowy wygląd wg rys. 5),
- f) obudowa drewniana F,
- g) gazomierz G z pełnym wyposażeniem.

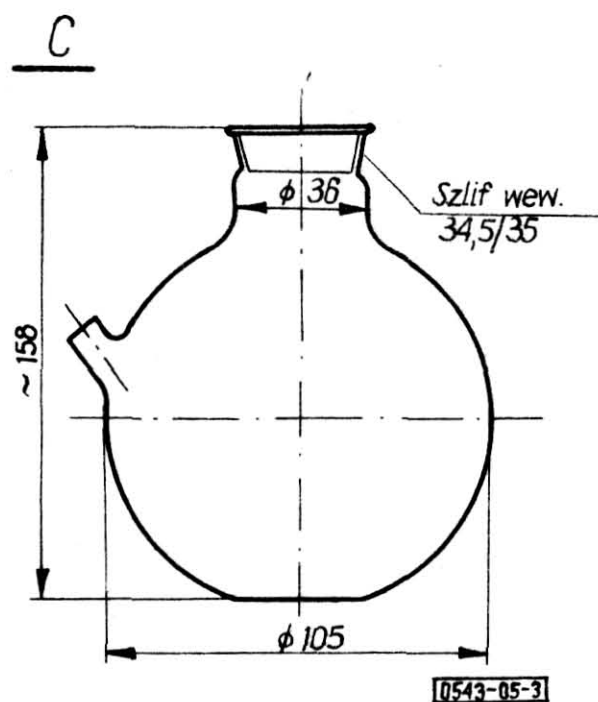
Centralne Laboratorium Gazownictwa
Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 25 marca 1965 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 24 września 1965 r.
(Mon. Pol. nr 51/1965 poz. 271)

2.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania

2.4.1. Postępowanie z aparaturą dla gazów pod niskim ciśnieniem. Do płuczki D (rys. 1) nałożyć waty szklanej, a do płuczek E i F (rys. 1) wlać po około 60 cm³ roztworu octanu kadmu. Następnie zestawić aparaturę wg rys. 1, stosując do połączeń rurki szklane łączone na styk krótkimi węzami gumowymi, odpowiednio przygotować gazomierz do pomiaru objętości wg BN-76/0541-09 i połączyć aparaturę ze źródłem badanego gazu. Zbadać szczelność aparatury, przy czym za szczelną uważa się aparaturę, gdy przy otwartym kurku probierczym a zamkniętym odpływie gazu z gazomierza w płuczkach nie ukazują się pęcherzyki gazu.



Rys. 2



Rys. 3

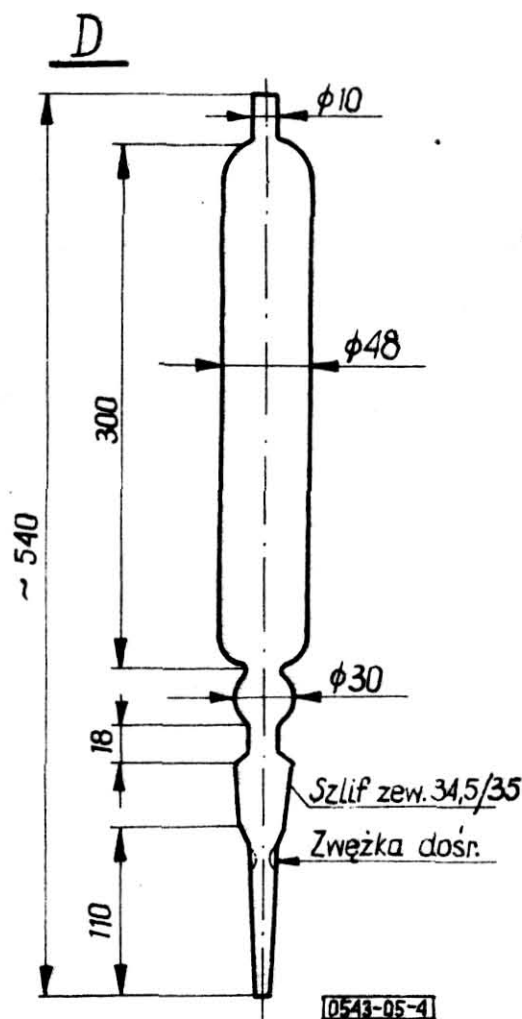
2.4.2. Postępowanie z aparaturą dla gazów pod zwiększonym ciśnieniem. Do kolby C (rys. 2) wlać około 150 cm³ roztworu octanu kadmu i aparaturę zestawić wg rys. 2. Dalej postępować jak w 2.4.1.

2.5. Wykonanie oznaczania

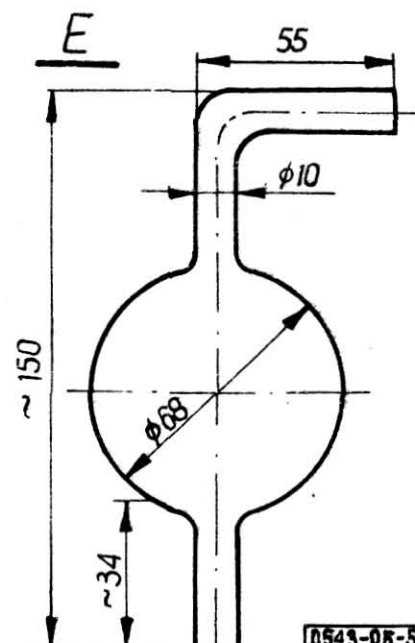
2.5.1. Oznaczanie dla gazów pod niskim ciśnieniem. Po przygotowaniu aparatury wg 2.4.1. otworzyć ostrożnie kurek probierczy B (rys. 1) i przy pomocy ściskacza C (rys. 1) uregulować tak przepływ gazu, aby szybkość przepływu przez aparaturę wynosiła 30-40 dm³/h. Pomiar objętości gazu po-

branego do oznaczania wykonać wg BN-76/0541-09 notując co 30 min temperaturę i nadciśnienie gazu. Gdy w płuczce E (rys. 1) wytrąci się osad siarczku kadmu, zamknąć dopływ gazu, odczytać stan gazomierza i odłączyć płuczki od aparatury. Zawartość obydwu płuczek E i F (rys. 1) przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ z doszlifowanym korkiem, przy czym do spłukania należy używać wody destylowanej zakwaszonej kwasem octowym. Do kolby dodać pipetą 0,1N roztworu jodu w nadmiarze, w ilości zależnej od przewidywanej zawartości siarkowodoru, i około 10 cm³ kwasu siarkowego. Kolbę zamknąć korkiem i wstrząsać aż do całkowitego rozpuszczenia się siarczku kadmowego. Po upływie około 3 min miareczkować 0,1N roztworem tiosiarcznanu sodowego wobec skrobi do chwili, gdy ostatnia kropla odbarwi zawartość kolby.

Przy bardzo małej zawartości siarkowodoru w gazie należy stosować roztwory 0,01N.



Rys. 4



Rys. 5

2.5.2. Oznaczanie dla gazów pod zwiększonym ciśnieniem. Po przygotowaniu aparatury wg 2.4.2, otworzyć dopływ gazu badanego i uregulować jego przepływ przez aparaturę tak, aby szybkość wynosiła około 60 dm³/h. Pomiar objętości gazu pobranego do oznaczania wykonać wg BN-76/0541-09 notując co 20 min nadciśnienie i temperaturę gazu w gazomierzu.

Gdy w roztworze absorpcyjnym wytrąci się osad siarczku kadmu, zamknąć dopływ gazu, odczytać stan gazomierza i aparat po odłączeniu od źródła gazu przenieść do laboratorium. Kolumnę absorpcyjną wraz z łapaczem kropel odłączyć od kolby. Do kolby dodać pipetą 0,1N roztworu jodu w nadmiarze, w ilości zależnej od przewidywanej zawartości siarkowodoru, rozcieńczyć wodą destylowaną w ilości około 100 cm³ i dodać odpowiednią do rozpuszczenia

osadu siarczku kadmu ilość kwasu siarkowego. Kolbę zamknąć korkiem i wstrząsać aż do całkowitego rozpuszczenia się siarczku kadmu. Następnie zestawić kolumnę absorpcyjną z kolbą i wdmuchiwać roztwór z kolby do kolumny w celu rozpuszczenia resztek osadu powstałego w kolumnie absorpcyjnej. Po rozpuszczeniu osadu w kolumnie spłukać kolumnę wodą destylowaną i odłączyć od kolby. Dalej postępować jak w 2.5.1.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość siarkowodoru w gazie X obliczyć w g/100 Nm³ wg wzoru

$$X = \frac{(a - b) \cdot 0,0017 \cdot 100 \cdot 1000}{V_0} = \frac{170(a - b)}{V_0}$$

w którym:

a - objętość dodanego 0,1N roztworu jodu, cm³,

b - objętość 0,1N roztworu tiosiarczku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
0,0017 - liczba gramów siarkowodoru odpowiadająca 1 cm³ 0,1N roztworu jodu,

V_0 - objętość przepuszczonego przez aparaturę gazu w Nm³ obliczona wg BN-76/0541-09.

2.7. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia. Przy próbach ruchowych można wykonać jedno oznaczenie.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń, których różnica nie przekracza 4% ich średniej arytmetycznej. W przypadku analiz ruchowych można przyjąć wynik jednego oznaczenia.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania III

Uaktualniono normy związane.