

PALIWA GAZOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-68 0543-09
	Paliwa gazowe Oznaczanie zawartości siarki organicznej	
		Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości siarki organicznej występującej w oczyszczonych paliwach gazowych.

1.2. Określenia. Siarka organiczna oznacza siarkę związaną w połączeniach organicznych paliwa gazowego.

1.3. Normy związane

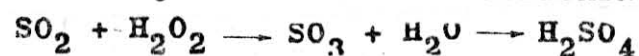
- BN-78/0532-01 Gaz ziemny. Pobieranie próbek
BN-75/0540-02 Pobieranie próbek paliw gazowych do oznaczania składu
BN-76/0541-09 Paliwa gazowe. Pomiar objętości za pomocą gazomierza laboratoryjnego

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Zasada oznaczania polega na spalaniu w obecności powietrza ściśle określonej objętości badanego gazu oczyszczonego uprzednio z amoniaku, dwutlenku siarki, siarkowodoru i przepuszczeniu produktów spalania przez obojętny roztwór wody utlenionej w celu utlenienia dwutlenku siarki, powstałego ze spalania organicznych związków siarki, do trójtlenku siarki i utworzenia kwasu siarkowego. Otrzymany w ten sposób kwas siarkowy miareczkuje się mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

Reakcja spalania S związ. w połącz. org. + $O_2 \rightarrow SO_2$

Reakcja utleniania i tworzenia kwasu

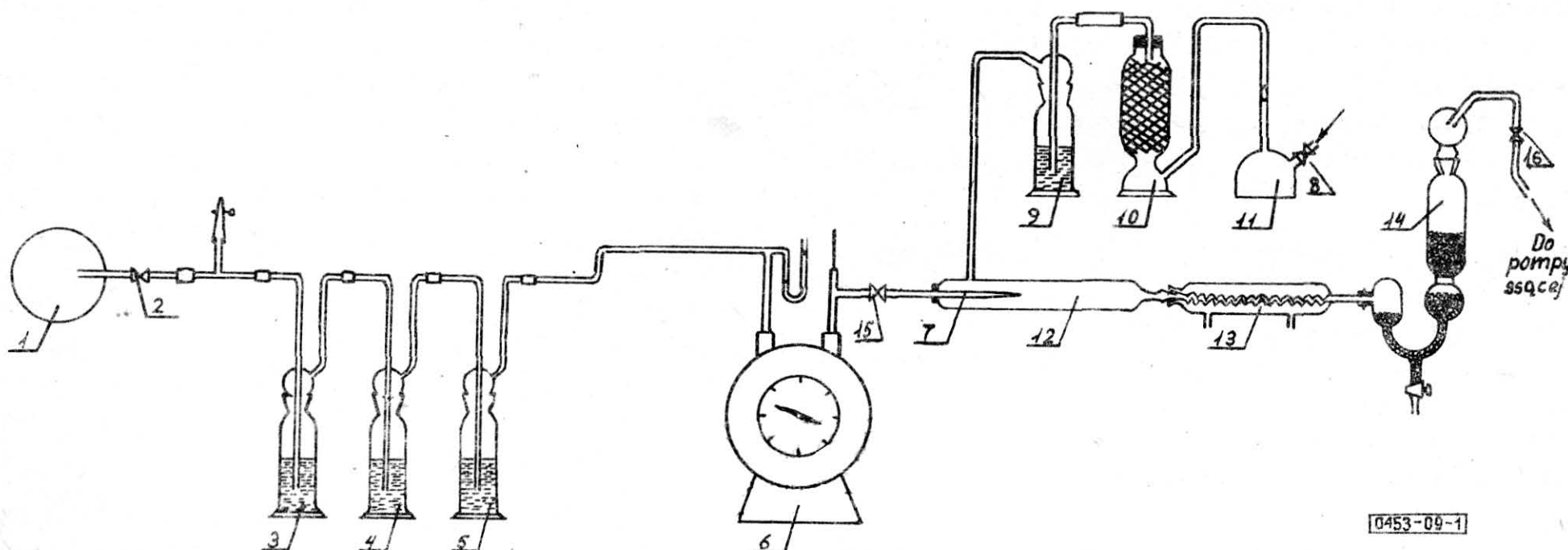


reakcja miareczkowania



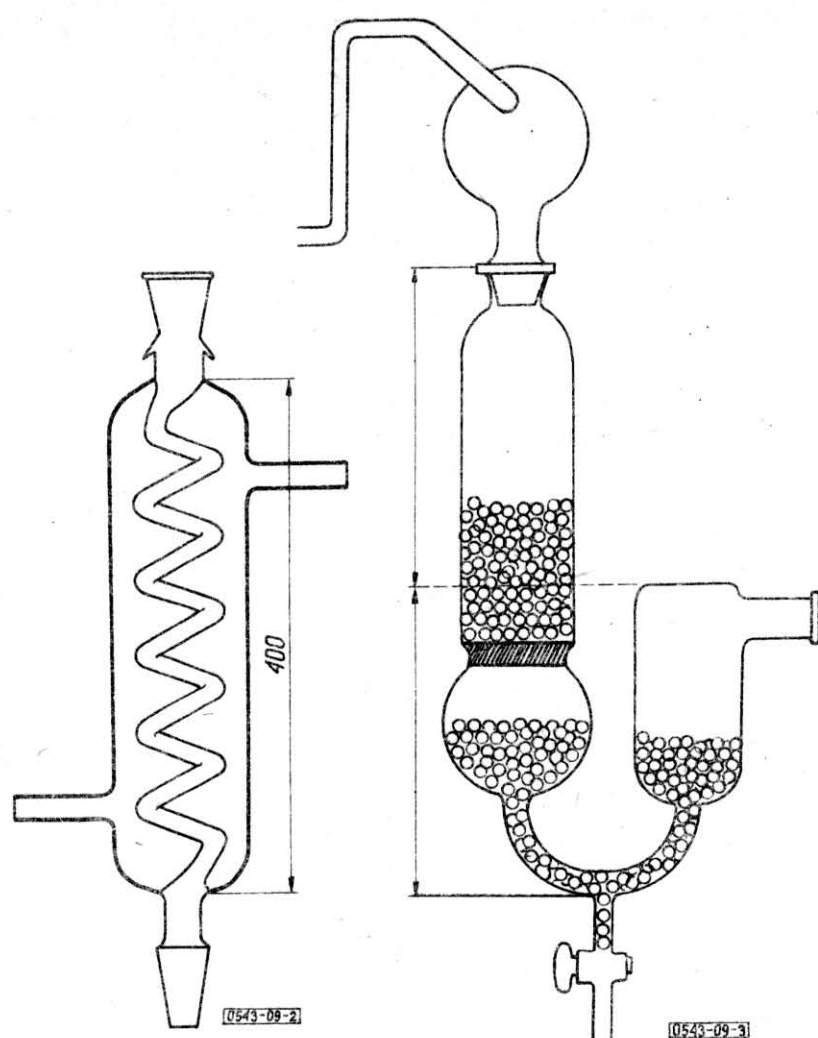
2.2. Aparatura - wg rys. 1, w skład której wchodzi:

- cztery płuczki gazowe 3, 4, 5 i 9, o pojemności około 250 cm³,
- gazomierz laboratoryjny mokry 6, zaopatrzony w termometr i manometr,
- rurka kwarcowa zakończona kapilarą 7, o średnicy wewnętrznej około 0,25 mm, osadzona w korku gumowym,
- rura kwarcowa do spalania 12, o długości około 500 mm i średnicy wewnętrznej około 25 mm, zakończona z jednej strony szlifem,
- wieża absorpcyjna 10, o pojemności około 250 cm³,
- przepływomierz 11 do pomiaru natężenia przepływu powietrza w zakresie 180 ÷ 200 dm³/h,
- chłodnica wodna z węzownicą spiralną 13 (przedstawiona na rys. 2), o długości około 400 mm, zakończona szlifami,
- płuczka absorpcyjna 14 (rys. 3), o pojemności około 500 cm³, zaopatrzona w przegrodę ze szkła spiekane, wypełniona w dolnej części kulkami szklanymi o średnicy około 0,5 mm, zakończona szlifami.



Rys. 1

Centralne Laboratorium Gazownictwa
Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 25 maja 1968 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1969 r.
(Mon. Pol. nr 37/1968 poz. 269)



Rys. 2

Rys. 3

2.3. Odczynniki i materiały

- Woda utleniona cz.d.a., roztwór 3-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory: 0,05N lub 0,01N.
- Kwas siarkowy cz., roztwór około 0,1N.
- Octan sodowy cz., roztwór 20-procentowy zmieszany przed oznaczaniem z wodą destylowaną w stosunku 1:2,5.
- Chlorek kadmowy cz., roztwór 10-procentowy zakwaszony 3 cm³ 10-procentowego roztworu kwasu solnego na każde 100 cm³.
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór około 20-procentowy.
- Węgiel aktywny, granulowany.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

2.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania.

Płuczkę 3 napełnić około 50 cm³ około 0,1N roztworu kwasu siarkowego. Płuczkę 4 napełnić około 50 cm³ roztworu octanu sodowego przygotowanego wg 2.3 d). Płuczkę 5 napełnić około 50 cm³ roztworu chlorku kadmowego przygotowanego wg 2.3 e). Płuczkę 9 napełnić około 50 cm³ 20-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego (2.3 f). Wieżę 10 wypełnić granulowanym węglem aktywnym. Płuczkę absorpcyjną 14 napełnić 100 cm³ 3-procentowego roztworu wody utlenionej zubożonej uprzednio 0,05N lub 0,01N roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny. Następnie aparaturę zestawiać wg rys. 1 łącząc poszczególne elementy na styk. Po zestawieniu aparatury przygotować gazomierz do

pomiaru objętości wg BN-76/0541-09, połączyć aparaturę ze źródłem badanego gazu 1, przy czym gaz do oznaczania pobrać w zależności od potrzeby w sposób określony w BN-75/0540-02 lub BN-78/0532-01, sprawdzić szczelność aparatury.

Aparaturę uważa się za szczelną, jeśli przy otwartych kurkach 2 i 15, a zamkniętych 8 i 16 przez roztwory w płuczkach gazowych nie przechodzą pęcherzyki gazu.

2.5. Wykonanie oznaczania. Po przygotowaniu aparatury wg 2.4 wyjąć z rury do spalań 12 rurkę kapilarną 7 wraz z korkiem, otworzyć kurek probierczy 2 oraz kurek 15 i zapalić gaz u wylotu rurki kapilarnej. Za pomocą ściskacza wyregulować tak przepływ gazu, aby natężenie przepływu przez aparaturę wynosiło 10 ÷ 15 dm³/h. Gaz przepuszczać przez płuczki doczyszczające 3 ÷ 5 i gazomierz 6 przez 30 min.

Po nasyceniu wody w gazomierzu badanym gazem zamknąć kurkiem zapasowym otwór wlotowy rury do spalań, otworzyć kurki 8 i 16, włączyć przepływ wody przez chłodnicę, włączyć pompę ssącą powietrze do rury do spalań i uregulować natężenie przepływu powietrza w zakresie 180 ÷ 200 dm³/h. Następnie wyjąć z rury korek zapasowy, odczytać stan gazomierza i równocześnie umieścić szczelnie w rurze do spalań rurkę kapilarną z zapalonym gazem badanym przepływającym z natężeniem 10 ÷ 15 dm³/h. Po wprowadzeniu kapilary do rury do spalań szybko wyregulować przepływ gazu i powietrza przez aparaturę do wymaganych wartości i odczytać ciśnienie barometryczne. W zależności od zawartości organicznych związków siarki w badanym gazie należy stosować do oznaczania 10 ÷ 15 dm³ gazu. Przy zawartości siarki organicznej poniżej 30 g/100 Nm³ gazu należy spalić 50 dm³ gazu. Przy wyższej zawartości siarki organicznej należy spalić odpowiednio mniejszą ilość badanego gazu. Pomiar objętości gazu pobieranego do oznaczania wykonać wg BN-76/0541-09 notując co 30 min temperaturę i nadciśnienie gazu. Po spalaniu odpowiedniej ilości gazu zamknąć kurki 15 i 2, odczytać stan gazomierza i przez okres jeszcze 10 min zasysać przez aparaturę powietrze za pomocą pompy. Następnie wyłączyć pompę, płuczkę absorpcyjną 14 odłączyć od chłodnicy 13, chłodnicę odłączyć od rury do spalań 12, po czym skropliny z chłodnicy oraz zawartość płuczek poprzez kurek dolny przenieść ilościowo do kolby stożkowej i miareczkować w zależności od potrzeby 0,05N lub 0,01N roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

2.6. Obliczanie wyników. Zawartość siarki organicznej (X) w gazie obliczyć w g/100 Nm³ wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot b \cdot 100 \cdot 1000}{V}$$

w którym:

- objętość 0,05N lub 0,01N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- współczynnik przeliczeniowy: 0,0008016- ilość siarki odpowiadająca 1 cm³

0,05n roztworu wodorotlenku sodowego, g,
0,0001603 - ilość siarki odpowiadająca 1 cm³
0,01N roztworu wodorotlenku sodowego, g,
V - objętość gazu przepuszczonego przez aparaturę, dm³, obliczona wg BN-76/0541-09.

2.7. Wymagana liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

2.8. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 10% wyniku mniejszego.

2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń zgodnych z 2.8.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Normy zagraniczne

ASTM:D 1072 - 56 Standard method of test for total sulfur in fuel gases - norma zgodna.

Anglia BS 3156 : 1959 Methods for the sampling and analysis of fuel gases - norma zgodna.

CSRS ČSN 385530 Stanovení načistot v topných plynech. Stanovení Siry Organických Sloučenin - norma zgodna.

NRD TGL 051613 Prüfung von Flüssiggas. Bestimmung des Elementarschwefels - norma zgodna.

TGL 051617 Prüfung von Flüssiggas. Bestimmung des Gesamtschwefels - norma zgodna.

RFN DIN 51613 Prüfung von Flüssiggas. Bestimmung des Elementarschwefels und des Abdampfückstandes - norma zgodna.

DIN 51617 Prüfung von Flüssiggas. Bestimmung des Gesamtschwefels - norma zgodna.

2. Uwagi do wydania II

a) uaktualniono normy związane,

b) wprowadzono jednostki miar Międzynarodowego Układu Jednostek (SI).