

UKD 662.764-11:66.074.37:543

KOKSOW- NICTWO	NORMA BRANŻOWA	BN-89
	Kontrola analityczna procesu odsiarczania gazu koksowniczego metodą węglanowo-próżniową /potasowa/	0511-39
		Grupa katalogowa 1039

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań wchodzące w zakres kontroli analitycznej procesu odsiarczania gazu koksowniczego metodą węglanowo-próżniową /potasową/.

1.2. Zakres stosowania normy. Norma obejmuje metody oznaczania następujących kontrolnych parametrów procesu odsiarczania gazu koksowniczego:

- przy badaniu surowców:

a/ zawartości siarkowodoru w gazie koksowniczym przed płuczką
b/ zawartości cyjanowodoru w gazie koksowniczym przed płuczką
c/ zawartości dwutlenku węgla w gazie koksowniczym przed płuczką,

d/ gęstości roztworu węglanu potasowego ze zbiornika świeżego roztworu,

e/ alkaliczności całkowitej roztworu węglanu potasowego ze zbiornika świeżego roztworu,

- w kontroli międzyoperacyjnej:

f/ gęstości roztworu węglanowego nasyconego,

g/ gęstości roztworu węglanowego zregenerowanego,

h/ alkaliczności całkowitej roztworu węglanowego nasyconego,

i/ alkaliczności całkowitej roztworu węglanowego zregenerowanego,

j/ zawartości węglanu potasowego w roztworze nasyconym,

k/ zawartości węglanu potasowego w roztworze zregenerowanym,

Zgłoszona przez Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla w Zabrzu
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza
Zarządzeniem nr 2/89 z dnia 1989.01.20
jako norma obowiązująca od dnia 1989.07.01

/Dz. Norm. i Miar nr, poz./

- l/ zawartości kwaśnego węglanu potasowego w roztworze nasyconym,
- m/ zawartości kwaśnego węglanu potasowego w roztworze zregenerowanym,
- n/ zawartości siarkowodoru w roztworze węglanowym nasyconym,
- o/ zawartości siarkowodoru w roztworze węglanowym zregenerowanym,
- p/ zawartości rodanku potasowego w roztworze węglanowym zregenerowanym,
- r/ zawartości soli kompleksowych w roztworze węglanowym zregenerowanym,
- przy badaniu półproduktów i produktów:
 - s/ zawartości siarkowodoru w gazie kwaśnym poregeneracyjnym,
 - t/ zawartości dwutlenku węgla w gazie kwaśnym poregeneracyjnym,
 - u/ zawartości cyjanowodoru w gazie kwaśnym poregeneracyjnym,
 - w/ zawartości tlenu w gazie kwaśnym poregeneracyjnym,
 - x/ zawartości siarkowodoru w gazie koksowniczym oczyszczonym,
 - y/ zawartości cyjanowodoru w gazie koksowniczym oczyszczonym.

1.3. Określenia

1.3.1. gaz kwaśny poregeneracyjny - produkt po destylacji próżniowej nasyconego roztworu K_2CO_3 .

1.3.2. pozostałe określenia - wg BN-82/0510-01.

2. METODY BADAŃ SUROWCÓW

2.1. Oznaczanie zawartości siarkowodoru w gazie koksowniczym przed płuczkami - wg BN-65/0543-05.

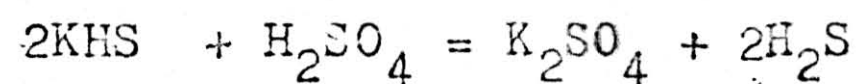
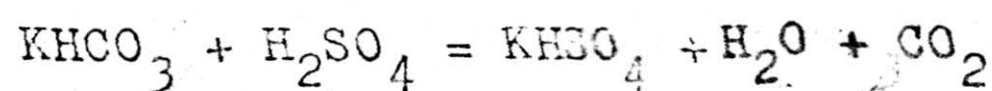
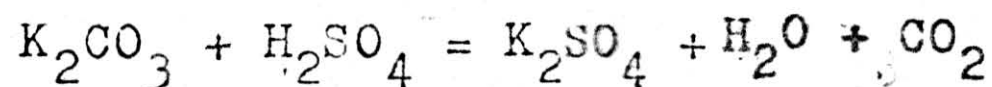
2.2. Oznaczanie zawartości cyjanowodoru w gazie koksowniczym przed płuczkami - wg BN-77/0541-11.

2.3. Oznaczanie dwutlenku węgla w gazie koksowniczym przed płuczkami - wg PN-73/C-04759/01.

2.4. Oznaczanie gęstości roztworu węglanu potasowego ze zbiornika świeżego roztworu - wg PN-81/C-04504.

2.5. Oznaczanie alkaliczności całkowitej roztworu węglanu potasowego ze zbiornika świeżego roztworu

2.5.1. Zasada metody polega na bezpośrednim miareczkowaniu soli alkalicznych w badanym roztworze za pomocą kwasu siarkowego



2.5.2. Odczynniki i roztwory

- a/ Kwas siarkowy, roztwór mianowany o $c / \frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 / = 1 \text{ mol/l}$.
- b/ Oranż metylowy, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p.2.2

2.5.3. Aparatura i przyrządy

- a/ Biureta pojemności 50 ml.
- b/ Kolba stożkowa pojemności 250 ml.
- c/ Pipeta pojemności 10 ml.

2.5.4. Wykonanie oznaczenia. Z próbki pobranej wg PN-73/C-04333 odmierzyć pipetą 10 ml badanego roztworu absorpcyjnego do kolby stożkowej pojemności 250 ml, uzupełnić wodą destylowaną do około 100 ml i miareczkować kwasem siarkowym /2.5.2c/ w obecności oranżu metylowego do żółtawego zabarwienia.

2.5.5. Obliczenia wyniku oznaczenia. Alkaliczność całkowita roztworu w przeliczeniu na $\text{K}_2\text{CO}_3 /A_c/$ obliczyć w gramach na litr wg wzoru

$$A_c = \frac{V_1 \cdot 0,0691 \cdot 1000}{10}$$

/1/

w którym:

- V_1 - objętość roztworu mianowanego kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania, ml,
- 0,0691 - ilość węglanu potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu mianowanego kwasu siarkowego, g.

2.5.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych z tej samej średniej próbki laboratoryjnej wynosi 5% wyniku niższego.

2.5.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń wykonanych zgodnie z 2.5.4, zaokrąglając ją do 0,1 wg PN-70/H-02120.

Dla potrzeb rachunkowych dopuszcza się wykonanie jednego oznaczenia.

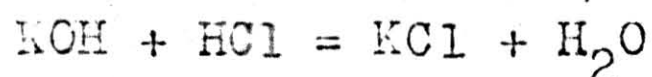
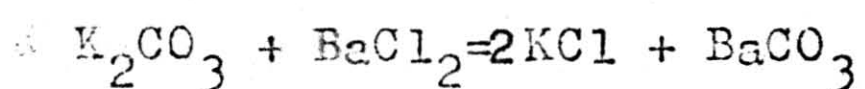
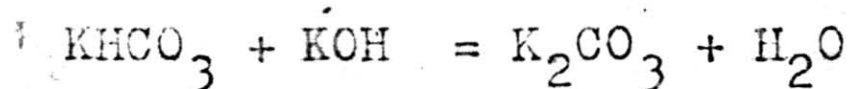
3. METODY BADAŃ DLA POTRZEB KONTROLI MIĘDZYOPERACYJNEJ

3.1. Oznaczenie ciężkości roztworu węglanowego nasyczonego oraz zregenerowanego - wg PN-81/C-04504.

3.2. Oznaczenie alkaliczności całkowitej roztworu węglanowego nasyczonego oraz zregenerowanego - wg 2.5.

3.3. Oznaczenie zawartości węgla potasowego i kwaśnego węgla potasowego w roztworze nasyczonego i zregenerowanym

3.3.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu kwaśnego węgla potasowego w węgiel potasowy za pomocą wodorotlenku potasowego, strąceniu węgla potasowego powstałego w wyniku reakcji oraz zawartego pierwotnie w próbce za pomocą chlorku barowego i odmierczkowaniu nadmiaru wodorotlenku potasowego kwasem solnym wg reakcji



3.3.2. Odczynniki i roztwory

a/ Chlorek barowy, roztwór mianowany o $c / \frac{1}{2} \text{BaCl}_2 / = 2 \text{ mol/l}$.

b/ Kwas solny, roztwór mianowany o $c / \text{HCl} / = 1 \text{ mol/l}$.

c/ Wodorotlenek potasowy, roztwór mianowany o $c / \text{KOH} / = 1 \text{ mol/l}$.

d/ Fenoloftaleina, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p.2.2.

3.3.3. Aparatura i przyrządy

- a/ Biureta pojemności 50 ml.
- b/ Kolba stożkowa pojemności 300 ml.
- c/ Pipeta pojemności 50 ml.

3.3.4. Wykonanie oznaczania. Przed wykonaniem oznaczania zawartości węglanu i kwaśnego węglanu potasowego należy przeprowadzić oznaczanie alkaliczności całkowitej wg 2.5. Następnie z próbki pobranej wg PN-73/C-04333 odmierzyć pipetą 10 ml badanego roztworu absorpcyjnego do kolby stożkowej pojemności 300 ml, uzupełnić wodą destylowaną do 100 ml, następnie dodać z biurety wodorotlenek potasowy /3.3.2c/ w ilości równej zużyciu kwasu siarkowego do oznaczania alkaliczności całkowitej. Po wymieszaniu strącić węglany roztworem chlorku barowego /3.3.2a/ dodawanym z biurety w ilości odczytanej z tablicy.

Ilość H_2SO_4 do alkalicz. całk.	Ilość $BaCl_2$ do strącenia	Ilość H_2SO_4 do alkalicz. całk.	Ilość $BaCl_2$ do strącenia	Ilość H_2SO_4 do alkalicz. całk.	Ilość $BaCl_2$ do strącenia
ml					
15,0	11,2	22,0	15,3	29,0	19,3
15,5	11,5	22,5	15,5	29,5	19,6
16,0	11,3	23,0	15,8	30,0	19,9
16,5	12,1	23,5	16,1	30,5	20,2
17,0	12,4	24,0	16,4	31,0	20,5
17,5	12,65	24,5	16,7	31,5	20,8
18,0	12,95	25,0	17,0	32,0	21,0
18,5	13,2	25,5	17,3	32,5	21,3
19,0	13,5	26,0	17,6	33,0	21,6
19,5	13,8	26,5	17,9	33,5	21,9
20,0	14,1	27,0	18,2	34,0	22,2
20,5	14,4	27,5	18,45	34,5	22,5
21,0	14,7	28,0	18,7	35,0	22,8
21,5	15,0	28,5	19,0	35,5	23,1

Nadmiar roztworu mianowanego wodorotlenku potasowego odmiareczkować roztworem mianowanym kwasu solnego w obecności fenoloftaleiny do odbarwienia się roztworu.

3.3.5. Obliczanie wyniku oznaczenia

Zawartość węglanu potasowego X_1 obliczyć w gramach na litr wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_2 - X_3 \cdot 0,294) \cdot 0,0691 \cdot 1000}{10} \quad /2/$$

w którym:

V_2 - objętość roztworu mianowanego kwasu solnego zużytego do zmiareczkowania nadmiaru roztworu mianowanego wodorotlenku potasowego, ml,

X_3 - zawartość siarkowodoru w badanej próbce, oznaczona zgodnie z 3.4, g/l,

0,294 - ilość kwasu solnego odpowiadająca zużyciu go do zobojętnienia roztworu mianowanego wodorotlenku potasowego równoważnego zawartości 1 g H_2S /l w badanej próbce, g,

0,0691 - ilość węglanu potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu solnego /3.3.2b/, g.

Zawartość kwaśnego węglanu potasowego X_2 obliczyć w gramach na litr wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_2) \cdot 0,1001 \cdot 1000}{10} \quad /3/$$

w którym:

V_3 - objętość roztworu mianowanego wodorotlenku potasowego odpowiadająca zużyciu roztworu mianowanego kwasu siarkowego N_1 w oznaczaniu alkaliczności całkowitej, ml,

0,1001 - ilość kwaśnego węglanu potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu mianowanego wodorotlenku potasowego /3.3.2c/, g.

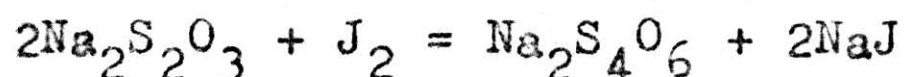
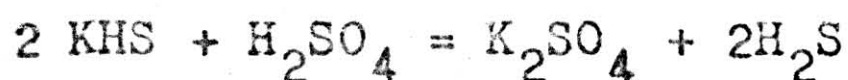
3.3.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych z tej samej średniej próbki laboratoryjnej wynosi 5% wyniku niższego.

3.3.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń wykonanych zgodnie z 3.3.4 zaokrąglając ją do 0,1 wg PN-70/N-02120.

Dla potrzeb ruchowych dopuszcza się przyjęcie wyniku jednego oznaczania.

3.4. Oznaczanie zawartości siarkowodoru w roztworze węglanowym nasyconym i zregenerowanym

3.4.1. Zasada metody polega na przeprowadzeniu kwaśnego siarczku potasowego /KHS/, który jest formą występowania siarkowodoru w roztworze węglanu potasowego, z powrotem w siarkowódz gazowy za pomocą kwasu siarkowego, utlenieniu jodem i odmiareczkowaniu nadmiaru jodu tiosiarczanem sodowym



3.4.2. Odczynniki i roztwory

- a/ Jod, roztwór mianowany o $c/\text{J}/ = 0,1 \text{ mol/l}$.
- b/ Kwas siarkowy, roztwór /1+3/.
- c/ Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/ = 0,1 \text{ mol/l}$.
- d/ Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1% /m/m/ przygotowany wg PN-81/C-06501.

3.4.3. Aparatura i przyrządy

- a/ Biureta pojemności 50 ml.
- b/ Cylinder pomiarowy pojemności 10 ml.
- c/ Kolba stożkowa pojemności 150 ml.
- d/ Pipety pojemności 1 ml i 5 ml.

3.4.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 150 ml odmierzyć z biurety 5 ml roztworu jodu /3.4.2a/, dodać 10 ml roztworu kwasu siarkowego /3.4.2b/ oraz odmierzyć pipetą 1 ml badanej próbki roztworu nasyconego lub 5 ml roztworu zregenerowanego pobranych wg PN-73/C-04333.

Badany roztwór należy dodawać z pipety do kolby bardzo ostrożnie kroplami ciągle mieszając. Zbyt szybkie dodawanie może spowodować miejscowe burzliwe wydzielanie siarkowodoru, który nie zostanie całkowicie zaabsorbowany przez roztwór jodu i wpłynąć może na zaniżenie wyników. Dotyczy to zwłaszcza nasyconego roztworu węgla potasowego.

Po spłukaniu ścianek kolby wodą destylowaną z tryskawki dodać około 4 ml skrobi /3.4.2d/ i miareczkować tiosiarczanem sodowym /3.4.2e/ do odbarwienia.

3.4.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość siarkowodoru w roztworze X_3 obliczyć w granach na litr wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_5 - V_4}{b} \cdot 0,0017 \cdot 1000 \quad /4/$$

w którym:

V_4 - objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do odmiareczkowania nadmiaru jodu, ml,

V_5 - objętość roztworu jodu pobrana do analizy, ml,

0,0017 - ilość siarkowodoru odpowiadająca 1 ml roztworu jodu, mg,

b - objętość próbki do analizy, ml.

3.4.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych z tej samej średniej próbki laboratoryjnej wynosi 5% wyniku niższego.

3.4.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń wykonanych zgodnie z 3.4.4. zaokrąglając ją do 0,01 wg PN-70/N-02120.

Dla potrzeb ruchowych dopuszcza się przyjęcie wyniku jednego oznaczania.

3.5. Oznaczanie zawartości rodniku potasowego w roztworze węglanowym zregenerowanym

3.5.1. Zasada metody polega na odpędzeniu siarkowodoru z badanej próbki i miareczkowaniu mianowanym roztworem azotanu srebrowego wobec siarczanu żelazawo-amonowego jako wskaźnika.

3.5.2. Odczynniki i roztwory

- a/ Azotan srebrowy, roztwór o $c / \text{AgNO}_3 / = 0,1 \text{ mol/l}$.
- b/ Kwas siarkowy, roztwór mianowany o $c / \frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4 / = 1 \text{ mol/l}$.
- c/ Kwas azotowy cz., roztwór /1+1/.
- d/ Siarczan żelazawo-amonowy, roztwór 10% /m/m/.
- e/ Fenoloftaleina, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p.2.2

3.5.3. Aparatura i przyrządy

- a/ Biureta pojemności 25 ml.
- b/ Kolba pomiarowa pojemności 250 ml.
- c/ Kolby stożkowe pojemności 250 ml.
- d/ Pipety pojemności 10ml i 25 ml.

3.5.4. Wykonanie oznaczania. Z badanej próbki roztworu węglanowego zregenerowanego pobrać do kolby stożkowej 10 ml, rozcieńczyć wodą destylowaną do około 100 ml i zobojętnić kwasem siarkowym /3.5.2b/ wobec fenoloftaleiny. Zobojętniony roztwór zagotować w celu odpędzenia siarkowodoru. Oziębiony roztwór przelać do kolby pojemności 250 ml, dodać 10 ml roztworu siarczanu żelazawo-amonowego /3.5.2d/ i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Następnie przesączyć przez twardy sączek, pierwszą partię przesączu odrzucić a z następnej pobrać 25 ml. Dodać 10 ml kwasu azotowego /3.5.2c/ i odmiareczkować azotanem srebra /3.5.2a/ z koloru czerwonego do białego.

3.5.5. Obliczenie wyniku oznaczania. Zawartość rodanku potasowego X_4 obliczyć w gramach na litr wg wzoru

$$X_4 = \frac{V_6 \cdot 0,009718 \cdot 1000 \cdot 10}{10} \quad /5/$$

w którym:

V_6 - objętość roztworu azotanu srebrowego, zużytego do miareczkowania, ml,

0,009718 - ilość gramów rodanku potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu mianowanego azotanu srebrowego.

3.5.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń z tej samej próbki laboratoryjnej wynosi 5% wyniku niższego.

3.5.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń zgodnych z 3.5.6 zaokrąglając ją do 0,1 wg PN-70/K-02120.

Dla potrzeb ruchowych dopuszcza się przyjęcie wyniku jednego oznaczania.

3.6. Oznaczanie zawartości soli kompleksowych w roztworze wapiennym zapoczerowanym

3.6.1. Zasada metody polega na rozłożeniu kompleksowych związków żelaza przez wyprażenie, rozpuszczeniu wyprażonego osadu w kwasie solnym i następnie utlenieniu żelaza z dwu do trójwartościowego wodą utlenioną i oznaczaniu zawartości żelazocyjanku potasowego metodą miareczkową jodometryczną.

3.6.2. Odczynniki i roztwory

- a/ Jodek potasowy, roztwór 10% /m/m/.
- b/ Kwaśny węglan sodu cz.d.a.
- c/ Kwas solny cz.d.a., roztwór -/1+3/.
- d/ Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c /Na_2S_2O_3/ = 0,1 \text{ mol/L}$.
- e/ Woda utleniona cz.d.a., roztwór 30% /m/m/.
- f/ Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1% /m/m/ przygotowany wg PN-81/C-06501.

3.6.3. Aparatura i przyrządy

- a/ Cylindry pomiarowe pojemności 100 ml.
- b/ Kolby pomiarowe pojemności 250 ml.
- c/ Kolby stożkowe z doszlifowanym korkiem pojemności 300 ml.
- d/ Mikrobiureta pojemności 2 ml.
- e/ Pipety pojemności 1, 5 i 50 ml.
- f/ Tygle porcelanowe pojemności 50 ml.
- g/ Zlewki pojemności 400 ml.

3.6.4. Wykonanie oznaczania. Do tygla porcelanowego /3.6.3f/ wlać 5 ml badanego roztworu i odparować do sucha. Następnie tygiel z osadem przenieść na trójkąt porcelanowy umieszczony na trójnogu i ogrzewając pełnym płomieniem palnika wyprażać próbkę przez 30 min. Ochłodzony tygiel z próbką umieścić w zlewce, dodać 100 ml roztworu kwasu solnego /3.6.2c/, 1 ml wody utlenionej /3.6.2e/, a następnie gotować tak długo, aż osad z tygla całkowicie się rozpuści /około 15 min/. Jeżeli otrzymany roztwór nie jest klarowny, należy wszystkie czynności powtórzyć biorąc nową próbkę a czas wyprażania osadu przedłużyć. Roztwór przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 ml i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Z tak przygotowanego roztworu pobrać 100 ml i wlać do kolby stożkowej, następnie dodać 3 g kwaśnego węglanu sodowego /3.6.2b/ ciągle mieszając, ponieważ nagłe dodanie kwaśnego węglanu sodowego mogłoby spowodować straty przez porwanie kropelek roztworu podczas burzliwego wydobywania się dwutlenku węgla. Po zneutralizowaniu roztworu dodać 5 ml roztworu jodku potasowego /3.6.2a/ i po zamknięciu kolby stożkowej pozostawić na okres 1 h. Następnie próbkę miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego /3.6.2d/ dodając pod koniec miareczkowania parę kropel roztworu skrobi.

3.6.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość żelazocyjanku potasowego X_5 obliczyć w gramach na litr wg wzoru

$$X_5 = \frac{V_7 \cdot 0,03683 \cdot 1000 \cdot 2,5}{5} \quad /6/$$

w którym:

- V_7 - objętość roztworu mianowanego tiociarczynu sodowego, zużytego do miareczkowania, ml,
0,03683 - ilość gramów żelazocyjanku potasowego odpowiadająca 1 ml roztworu mianowanego tiociarczynu sodowego.

3.6.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych z tej samej średniej próbki laboratoryjnej wynosi 5% wyniku niższego.

3.6.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń zgodnych z 3.6.6 zaokrąglając ją do 0,1 wg PN-79/W-02120.

Dla potrzeb ruchowych dopuszcza się przyjęcie wyniku jednego oznaczania.

4. METODY BADAŃ PÓŁPRODUKTÓW I PRODUKTÓW

4.1. Oznaczanie zawartości siarkowodoru, cyjanowodoru i dwutlenku węgla w gazie kwaśnym porogeneracyjnym

4.1.1. Zasada metody polega na zaabsorbowaniu składników kwaśnych w aparacie Orsat'a w 20% roztworze KOH i następnie potencjometrycznym oznaczeniu zawartości H_2S i HCN w roztworze.

4.1.2. Odczynniki i roztwory

- a/ Izopropanol cz.d.a.
- b/ Woda amoniakalna stężona.

c/ Azotan dwuaminosrebrowy, roztwór etanolowy mianowany o $c / \text{Ag}/\text{NH}_3/2\text{NO}_3/ = 0,1 \text{ mol/l}$ - przygotowany wg BN-87/0511-38 p. 2.2d.

d/ Chlorek sodowy, roztwór o $c / \text{NaCl}/ = 0,1 \text{ mol/l}$ - przygotowany wg BN-87/0511-38 p. 2.2g.

e/ Wodorotlenek potasowy, roztwór 20% /m/m/.

f/ Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c / \text{NaOH}/ = 0,25 \text{ mol/l}$.
Odważyć 10,5 g wodorotlenku sodowego, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i uzupełnić wodą do kreski.

4.1.3. Aparatura i przyrządy

a/ Aparat Orsat.

b/ Cylinder pomiarowy pojemności 100 ml.

c/ Elektroda siarczkowo-srebrowa, typ Ag/Ag₂S.

d/ Elektroda szklana, typ SP-201.

e/ Kolba pomiarowa pojemności 250 ml.

f/ Mieszadło, np. magnetyczne, typ MM-4.

g/ Mikrobiureta pojemności 1 lub 2 ml, zaopatrzona w zaparowy zbiornik.

h/ Rechemetr laboratoryjny, wychyłowy lub cyfrowy.

i/ Pipeta gazowa pojemności 500 ml.

j/ Pipety pojemności 5 i 10 ml.

4.1.4. Wykonanie oznaczenia. Do pipety szklanej pobrać w warunkach izotermicznych /doprowadzenie gazu oraz pipeta muszą być zaizolowane, pipeta napełniona gorącą wodą/ 500 ml gazu siarkowodorowego. Przed przystąpieniem do analizy należy biuretę aparatu Orsata i drogę gazu do płuczki absorpcyjnej przepłukać badanym gazem. Następnie pobrać 100 ml gazu i doprowadzić do płuczki wypełnionej 20% roztworem KOH. Absorpcję prowadzić do czasu uzyskania stałej objętości gazu w biurecie po czym całą ilość składników obojętnych wprowadzić do płuczki i pobrać do biurety ponownie 100 ml gazu siarkowodorowego. Przeprowadzić absorpcję w 20% KOH i odczytać na skali biurety objętość V_3 składników niezaabsorbo-

wanych z 200 ml gazu. Należy zanotować temperaturę otoczenia oraz ciśnienie. Roztwór absorpcyjny z płuczki /KOH/ należy przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 ml, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać.

Oznaczanie wykonać wg BN-37/0511-38 p. 2.5 z tą różnicą, że do zlewki pojemności 250 ml wprowadzić 95 ml wody destylowanej oraz 5 ml roztworu absorpcyjnego pochodzącego z płuczki w aparacie Orsat'a. Do zlewki nie wprowadza się roztworu wodorotlenku sodowego o c /NaOH/ = 0,25 mol/l, ponieważ roztwór KOH znajdujący się w 5 ml roztworu poddanego analizie /nierozcieńczonego/ zabezpiecza środowisko alkaliczne.

4.1.5. Obliczanie wyników oznaczania

Zawartość siarkowodoru X_6 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{V_9 \cdot N \cdot 17}{5} \cdot 0,25 \cdot \frac{22,41 \cdot 1000}{34} \cdot \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{d} \quad /7/$$

w którym:

V_9 - objętość roztworu $Ag/NH_3/2NO_3$ zużyta do zmiareczkowania siarczków, ml,

N - miano roztworu $Ag/NH_3/2NO_3$,

17 - współczynnik stechiometryczny wynoszący dla siarkowodoru 17 /ilość gramów siarkowodoru reagująca z jednym gramorównoważnikiem roztworu $Ag/NH_3/2NO_3$ /,

0,25- objętość roztworu absorpcyjnego, l,

22,41·1000- objętość zajmowana przez 1 mol gazu w warunkach normalnych, ml,

34 - ciężar cząsteczkowy siarkowodoru,

$\frac{1}{2}$ - współczynnik kładący do wyliczenia zawartości siarkowodoru w %/wynika z pobrania do absorpcji 200 ml gazu/,

d - współczynnik przeliczeniowy gazu w warunkach temperatury t i ciśnienia P /wyliczona zawartość H_2S i HCN odnosi się do warunków normalnych, należy ją sprowadzić do warunków panujących podczas absorpcji w biurecie/.

Zawartość cyjanowodoru X_7 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_7 = \frac{V_{10} \cdot N \cdot 27}{5} \cdot 0,25 \cdot \frac{22,41 \cdot 1000}{27} \cdot \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{d} \quad /8/$$

w którym:

V_{10} - objętość roztworu $Ag/NH_3/2NO_3$ zużyta do zmiareczkowania cyjanków, ml,

27 - ciężar cząsteczkowy cyjanowodoru,

N; 0,25; 22,41·1000; $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{d}$ - jak we wzorze /7/.

Zawartość składników niezaabsorbowanych X_8 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_8 = \frac{V_8}{2} \quad /9/$$

w którym:

V_8 - objętość składników niezaabsorbowanych z 200 ml gazu kwaśnego, ml.

Zawartość CO_2 w gazie kwaśnym X_9 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_9 = 100 - X_6 - X_7 - X_8 \quad /10/$$

w którym:

X_6 ; X_7 ; X_8 - obliczone ze wzorów /7/, /8/ i /9/.

4.1.6. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch oznaczeń wykonanych z tej samej średniej próbki laboratoryjnej wynosi 5% wyniku niższego.

4.1.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń zgodnych z 4.1.6 zaokrąglając ją do 0,1 wg PN-70/N-02120.

Dla potrzeb ruchowych dopuszcza się przyjęcie wyniku jednego oznaczania.

Dla szybkiej kontroli procesu technologicznego dopuszcza się stosowanie metody opartej na miareczkowaniu jodometrycznym.

4.2. Oznaczanie zawartości tlenu w gazie kwaśnym poregeneracyjnym - wg PN-73/C-04759/01.

4.3. Oznaczanie siarkowodoru w gazie koksowniczym oczyszczonym - wg BN-65/0543-05.

4.4. Oznaczanie cyjanowodoru w gazie koksowniczym oczyszczonym - wg BN-77/0541-11.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze.

2. Normy związane

PN-73/C-04333 Produkty węglowodoodne. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/C-04504 Oznaczanie gęstości /masy właściwej/ produktów chemicznych ciekłych

PN-73/C-04759/01 Paliwa gazowe. Metody badań paliw i spalin
Oznaczanie składu chemicznego metodą objętościową aparatem typu Orsata

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

BN-82/0510-01 Koksownictwo. Podstawowe produkty, półprodukty i odpady. Terminologia

BN-87/0511-38 Koksownictwo. Oznaczanie podstawowych zanieczyszczeń chemicznych w wodach amoniakalnych metodą potencjometryczną

BN-77/0541-11 Paliwa gazowe. Oznaczanie zawartości związków cyjanowych

BN-65/0543-05 Paliwa gazowe. Oznaczanie zawartości siarkowodoru

3. Autorzy projektu normy - doc. dr inż. Halina Gwiner, mgr Monika Kosercka - Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze, Halina Gordała - Zakłady Koksownicze im. Powstańców Śląskich, Zdziarsowice.

Pracownicy BCh-ICHPW: mgr inż. Wanda Bojanowska, Zdzisława Fiałkowska.