

PALIWA GAZOWE	NORMA BRANŻOWA		BN-76 0546-01
	Masy czyszczące do suchego oczyszczania gazu od siarkowodoru		Zamiast BN-67/0546-01
			Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są naturalne i sztuczne masy czyszczące do usuwania siarkowodoru z paliw gazowych metodą suchą.

1.2. Określenia

1.2.1. Masa czyszcząca naturalna — ruda darniowa, w której ilość siarkowodoru po jednorazowym wysyceniu w przeliczeniu na suchą rudę jest większa niż 20% wag., a ilość siarki po czterech kolejnych wysyceniach siarkowodorem i trzech kolejnych regeneracjach w przeliczeniu na suchą rudę jest nie mniejsza niż 42% wag.

1.2.2. Masa czyszcząca sztuczna — masa składająca się z czynnych chemicznie koloidalnych wodorotlenków żelaza zawartych w szlamach poanilinowych oraz z obojętnych chemicznie substancji hydroskopiujnych jako środków spulchniających.

1.2.3. Ruda darniowa niskiej jakości — ruda, w której ilość siarkowodoru po jednorazowym wysyceniu w przeliczeniu na suchą rudę darniową jest mniejsza o 20% wag., a ilość siarki po czterech kolejnych wysyceniach siarkowodorem i trzech kolejnych regeneracjach w przeliczeniu na suchą rudę darniową jest mniejsza od 42% wag.

1.2.4. Materiał do wyboru mas sztucznych

a) szlamy poanilinowe — koloidalne wodorotlenki żelaza będące odpadami z redukcji organicznych związków nitrowych na aminy, zawierające od 86 do 90% wag. wodorotlenków żelaza;

b) obojętne chemicznie substancje hydroskopiujące, spulchniające

- torf w stanie powietrzno-suchym (około 20% wilgotności),
- rudy darniowe niskiej jakości (nie nadające się na naturalne masy czyszczące).

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. Ze względu na pochodzenie różni się masy czyszczące:

- naturalne — N,
- sztuczne — S.

2.2. Odmiany. Ze względu na odmianę substancji spulchniających, różni się sztuczne masy czyszczące:

- na bazie torfu — T.
- na bazie rudy darniowej niskiej jakości — Rd.

Masy czyszczące naturalne wytwarzane są w jednej odmianie.

2.3. Przykład oznaczenia

a) masy czyszczącej naturalnej (N):

MASA CZYSZCZĄCA NATURALNA N BN-76/0546-01

b) masy czyszczącej sztucznej (S) wykonanej na bazie torfu:

MASA CZYSZCZĄCA SZTUCZNA S-T BN-76/0546-01

c) masy czyszczącej sztucznej (S) wykonanej na bazie rudy darniowej niskiej jakości:

MASA CZYSZCZĄCA SZTUCZNA S-Rd BN-76/0546-01

Zgłoszona przez Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Górnictwa Naftowego i Gazownictwa dnia 7 kwietnia 1976 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 stycznia 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 14/1976 poz. 48)

3. WYMAGANIA

Zestawienie wymagań — wg tablicy.

Wymagania	Rodzaje		Metody badań wg
	N	S — wg Patentu Nr 61787	
		odmiany	
		T Rd	
a) Zawartość wody, %	45±10	nie normalizuje się	5.4.1
b) Ilość siarkowodoru po jednorazowym wysyceniu w przeliczeniu na suchą rudę, 0/0, co najmniej	20	nie normalizuje się	5.4.2
c) Ilość siarki po czterech kolejnych wysyceniach siarkowodorem i trzech kolejnych regeneracjach w przeliczeniu na suchą masę, %	co najmniej 42	nie normalizuje się	5.4.3
	50÷56	42÷50	

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Masy naturalne i sztuczne oraz ich składniki (rudę darniowe, torfy i szlasy poanilinowe) nie wymagają pakowania (przechowywane i transportowane są luzem).

4.2. Przechowywanie. Masy naturalne i sztuczne oraz ich składniki należy przechowywać pod nadzorem dla zabezpieczenia przed nadmiernym zawilgoceniem, spowodowanym opadami atmosferycznymi.

4.3. Transport. Masy naturalne i sztuczne oraz ich składniki przewozi się luzem, dowolnymi środkami transportowymi, w sposób zabezpieczający je przed zanieczyszczeniami mechanicznymi.

W okresie zimowym należy pokryć dno środka transportowego około 2-centymetrową warstwą trocin.

5. BADANIA

5.1. Program badań

- a) oznaczanie zawartości wody (3 a);
- b) oznaczanie ilości siarkowodoru po jednorazowym wysyceniu w przeliczeniu na suchą masę (3 b);

c) oznaczanie ilości siarki po czterech kolejnych wysyceniach i trzech kolejnych regeneracjach (3 c).

5.2. Przygotowanie do badań. Przed przystąpieniem do badań masy czyszczące należy podzielić na jednorodne partie (jednego rodzaju i jednej odmiany).

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej — wg PN-67/H-04000, przy czym masa próbki laboratoryjnej, rozdrobnionej do wielkości ziarna poniżej 2,5 mm powinna wynosić 3 do 6 kg.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości wody

5.4.1.1. Przyrządy

a) Naczynko wagowe średnicy 500 mm i wysokości 30 mm.

b) Suszarka elektryczna z termoregulacją umożliwiającą utrzymywanie temperatury 105 ± 2°C.

5.4.1.2. Wykonanie oznaczania. Doprowadzić naczynko wagowe do stałej masy przez suszenie w temperaturze 105 ± 2°C, odważyć w nim około 10 g badanej substancji (masy czyszczące naturalnej lub sztucznej, albo składników mas sztucznych) z dokładnością do 0,01 g, a następnie w suszarce elektrycznej suszyć do czasu, gdy różnica pomiędzy wynikami ważeń nie przekroczy 0,06 g.

Pierwsze ważenie wykonać po 2 godz suszenia, a następnie w odstępach półgodzinnych.

W suszarce laboratoryjnej o pojemności 40 do 50 dm³ nie powinno znajdować się jednocześnie więcej niż 6 próbek.

Zawartość wody w próbce X_1 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

m — masa substancji badanej przed suszeniem, g,

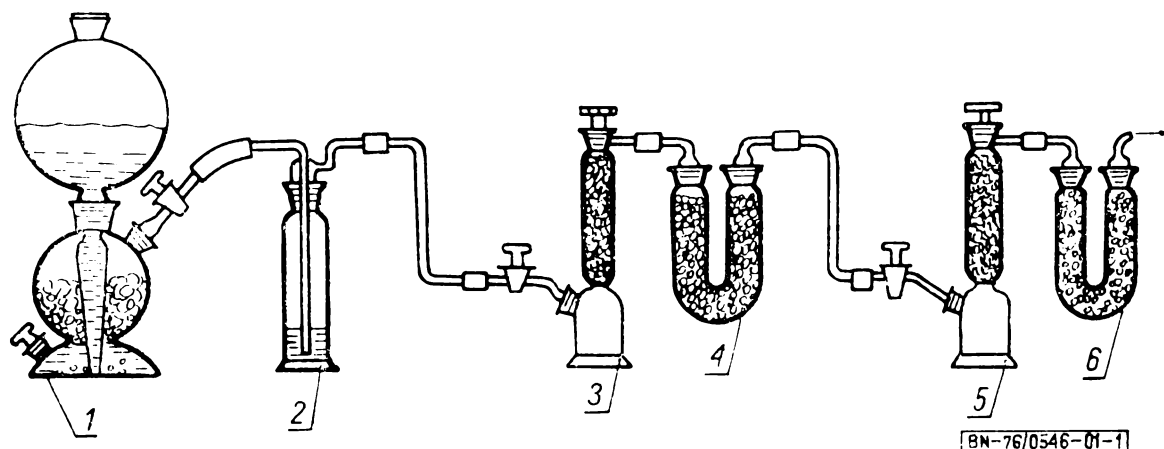
m_1 — masa substancji badanej po wysuszeniu, g.

5.4.1.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5% wartości bezwzględnej.

5.4.2. Oznaczanie ilości siarkowodoru pochłoniętego przez masę czyszczącą po jednorazowym wysyceniu siarkowodorem metodą Drehschmidta

5.4.2.1. Aparatura i przyrządy

a) Aparatura wg rys. 1.



Rys. 1. Aparatura do wysycania rudy darniowej siarkowodorem metodą Drehschmidta

b) Siatka metalowa lub z tworzywa sztucznego o oczkach kwadratowych o wymiarach 2,5 mm wg PN-71/M-94008.

c) suszarka elektryczna z termoregulacją.

5.4.2.2. Materiały i odczynniki

a) Chlorek wapniowy techniczny.

b) Kwas fosforowy stężony techniczny.

c) Kwas solny techniczny, roztwór 1÷1.

d) Siarczek żelazawy techniczny.

e) Trociny.

5.4.2.3. Przygotowanie próbki do oznaczania.

Próbkę naturalnej lub sztucznej masy czyszczącej rozdrobnić do wielkości ziarna przechodzącego przez sito o wymiarach oczka 2,5 mm.

Rozdrobnioną naturalną lub sztuczną masę czyszczącą doprowadzić do takiej wilgotności (przez suszenie lub nawilżanie), aby ściśnięta w dłoni zlepiła się, natomiast rzucona z wysokości około 0,75 m rozsypywała się na drobne grudki.

5.4.2.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania

a) napełnić aparat Kippa (1 na rys. 1) siarczkiem żelazawym i kwasem solnym;

b) do płuczki gazowej o pojemności 250 cm³ (2 na rys. 1) nalać około 50 cm³ wody;

c) napełnić wieżyczkę (3 na rys. 1) zużytą rudą darniową.

W przypadku braku całkowicie wysyczonej siarkowodorem rudy darniowej, należy ją przygotować w sposób następujący: wsypać około 100 g rudy darniowej przygotowanej wg 5.4.2.3 do wieżyczki (3 na rys. 1). Połączyć wlot wieżyczki z aparatem Kippa, a wylot z płuczką gazową o pojemności około 250 cm³ zawierającą 50 cm³ wody. Sprawdzić szczelność zestawu przez przepuszczenie, a następnie zamknięcie strumienia gazu. Po

zamknięciu odpływu gazu w płuczce nie powinny wydzielać się pęcherzyki gazu.

Po sprawdzeniu szczelności zestawu przepuścić przez aparaturę siarkowodor do całkowitego wysycenia siarkowodorem rudy darniowej.

Ruda nie pochłania już siarkowodoru, jeżeli w zestawie po zamknięciu przepływu siarkowodoru utrzymuje się stałe ciśnienie, co stwierdza się po utrzymaniu się na stałym poziomie słupa wody w rurce płuczki.

d) napełnić dwie U-rurki (4 i 6 na rys. 1) chlorkiem wapniowym. U-rurkę 6 zaopatrzoną w kraniki lub wtyczki zamykające wylot zważyć z dokładnością do 0,01 g.

e) do wieżyczki 5 (rys. 1) włożyć siatkę, na której umieści się badaną substancję wymieszaną z trocinami.

5.4.2.5. Wykonanie oznaczania. Z próbki masy czyszczącej (naturalnej lub sztucznej) przygotowanej wg 5.4.2.3 odważyć w naczyniu wagowym, uprzednio doprowadzonym do stałej masy, około 10 g badanej próbki z dokładnością do 0,1 g i zmieszać z około 5 g trocin.

Do wieżyczki 5 włożyć siatkę i na niej umieścić wymieszaną z trocinami badaną substancję. Czynności powyższe należy wykonywać możliwie szybko w celu uniknięcia strat wilgoci.

Napełnioną wieżyczkę 5 zważyć z dokładnością do 0,1 g.

Zestawić aparaturę wg rys. 1. Do połączeń stosować rurki szklane łączone węzami gumowymi tak, aby końce rurek stykały się ze sobą.

Przez zestawioną aparaturę przepuszczać siarkowodor z szybkością 2 do 3 pęcherzyków na se-

kundę, do chwili uzyskania stałej masy wieżyczki 5 z badaną substancją.

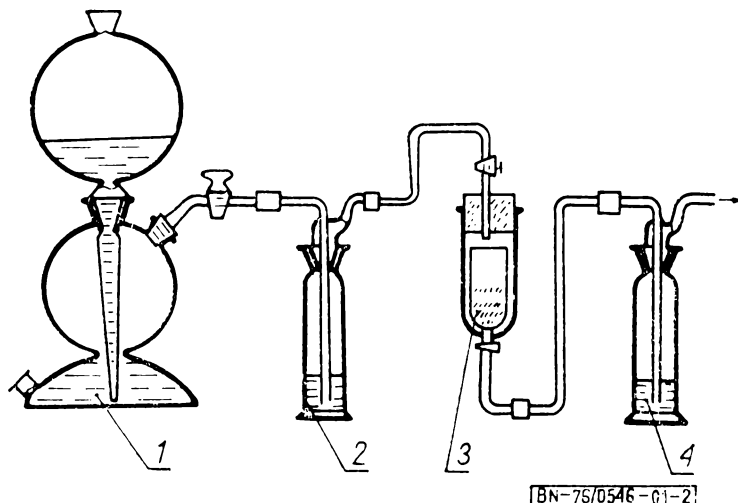
Pierwsze kontrolne ważenie przeprowadzić po stwierdzeniu przez dotyk przyrostu temperatury wieżyczki, a następnie w odstępach półgodzinnych.

Po uzyskaniu stałej masy wieżyczki 5, odłączyć z zestawu U-rurkę 6 i zważyć ją z dokładnością do 0,1 g.

Przyrost masy wieżyczki 5 i U-rurki 6 odpowiada ilości pochłoniętego siarkowodoru przez badaną substancję.

Ilość siarkowodoru (X_2) pochłoniętą przez substancję badaną, obliczyć w procentach wagowych w przeliczeniu na suchą substancję wg wzoru

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 10000}{m (100 - X_1)} \quad (2)$$



Rys. 2. Aparatura do wysycania rudy siarkowodorem

5.4.3.1. Wysycenie siarkowodorem

Aparatura i materiały

- Aparatura wg rys. 2.
- Wata bawełniana.
- Wata szklana.

Odczynniki

- Kwas solny techniczny, roztwór 1 — 1.
- Siarczek żelazawy techniczny.

Wykonanie oznaczania. Naładować aparat Kippa (1 na rys. 2) siarczkiem żelazawym i kwasem solnym. Do każdej z płuczek gazowych (2 i 4 na rys. 2) nalać po około 50 cm³ wody. Na dno gilzy ekstrakcyjnej (3 na rys. 2) włożyć watę szklaną i zważyć gilzę z dokładnością do 0,01 g. Na watę szklaną wsypać luźno próbkę badanej substancji przygotowanej wg 5.4.2.3 w ilości około 10 g, w której oznaczono zawartość wilgoci wg 5.4.1, przy czym gilzę wraz z zawartością zważyć z dokładnością do 0,01 g.

w którym:

- m_1 — przyrost masy wieżyczki 5, g,
- m_2 — przyrost masy U-rurki 6, g,
- X_1 — ilość wody w próbce badanej substancji pobranej do wysycenia, wyliczona wg wzoru (1), %,
- m — masa badanej substancji przygotowanej wg 5.4.2.3, g,

5.4.2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5% wartości bezwzględnej.

5.4.3. Oznaczanie ilości siarki po czterech kolejnych wysyceniach i trzech kolejnych regeneracjach

Czynności powyższe wykonywać możliwie szybko w celu uniknięcia strat wilgoci.

Zważoną gilzę pokryć watą bawełnianą i umieścić w obudowie, a następnie zestawić aparaturę wg rys. 2.

Do połączeń stosować rurki szklane łączone krótkimi węzami gumowymi.

Sprawdzić szczelność zestawu przez przepuszczenie, a następnie zamknięcie gazu. Po zamknięciu odpływu gazu w płuczkach nie powinny wydzielać się pęcherzyki gazu.

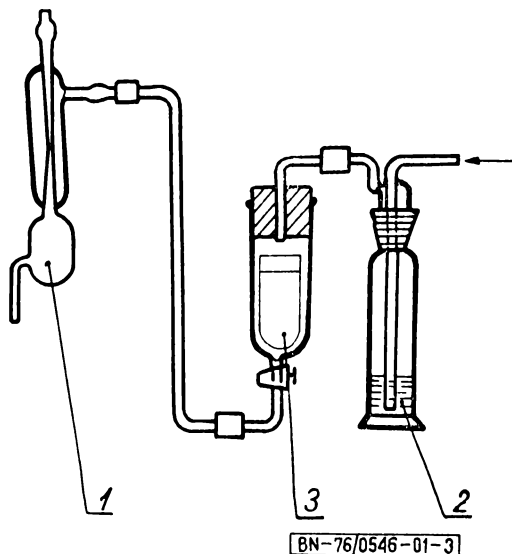
Po sprawdzeniu szczelności aparatury przepuszczać przez nią siarkowodor z szybkością 2 do 3 pęcherzyków na sekundę do całkowitego wysycenia substancji badanej, co stwierdza się po utrzymaniu się przez 3 min na stałym poziomie

słupa wody w rurce płuczki gazowej po zamknięciu przepływu siarkowodoru.

5.4.3.2. Regeneracja substancji badanej. Aparaturę zestawiać wg rys. 3. Do płuczki gazowej 2 nalać około 50 cm³ wody. Wymontowaną z apa-

tak, aby przepływ powietrza przez płuczkę był intensywny, lecz nie burzliwy.

5.4.3.3. Powtórzenie wysycania siarkowodorem i regeneracji badanej substancji. Czynności wysycania siarkowodorem wg 5.4.3.1 oraz regeneracji wg 5.4.3.2 należy powtarzać na przemian: wysy-



Rys. 3. Aparatura do regeneracji rudy darniowej

ratury do wysycania siarkowodorem (rys. 2) gilzę w obudowie 3 z badaną substancją połączyć wg rys. 3 z jednej strony z pompką próżniową 1, z drugiej z płuczką gazową 2.

Uruchomić pompkę próżniową i przez aparaturę przepuszczać powietrze w ciągu dwóch godzin

cenie siarkowodorem — czterokrotnie, regenerację substancji badanej — trzykrotnie.

5.4.3.4. Oznaczanie zawartości siarki w próbce badanej substancji wysycanej czterokrotnie siarkowodorem i trzykrotnie regenerowanej wykonać wg PN-61/H-04911.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/0546-01. Rozszerzono zakres normy: oprócz dotychczas stosowanych kryteriów dla rud darniowych, wprowadzono kryteria dla opracowanych i stosowanych sztucznych mas czyszczących.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/H-04000 Analiza chemiczna rud żelaza i magnezu.

Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-61/H-04911 Analiza chemiczna pirytu i wypałów pirytowych

PN-71/M-04008 Sita i siatki z drutu. Wymiary oczek

Urząd Patentowy PRL: Świadczenie autorskie o dokonaniu wynalazku — autor Adam Boznański: Masa do oczyszczania gazu od siarkowodoru, związków cyjanowych i organicznych związków siarki; Patent Nr 61787.

4. Autor projektu normy — mgr Adam Boznański.