

PALIWA GAZOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-74
		0541-03 Arkusz 16
	Paliwa gazowe Oznaczanie siarki i związków siarki Oznaczanie zawartości tlenosiarczku węgla w gazie miejskim metodą selektywnej absorpcji i kolorymetrycznego oznaczania	Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania tlenosiarczku węgla zawartego w gazie miejskim odpowiadającym grupie I wg PN-71/C-96001.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda będąca przedmiotem normy znajduje zastosowanie przy oznaczaniu tlenosiarczku węgla zawartego w gazie miejskim, w zakresie stężeń powyżej 10 mg/m³.

1.3. Określenia — wg BN-72/0541-03 ark. 02.

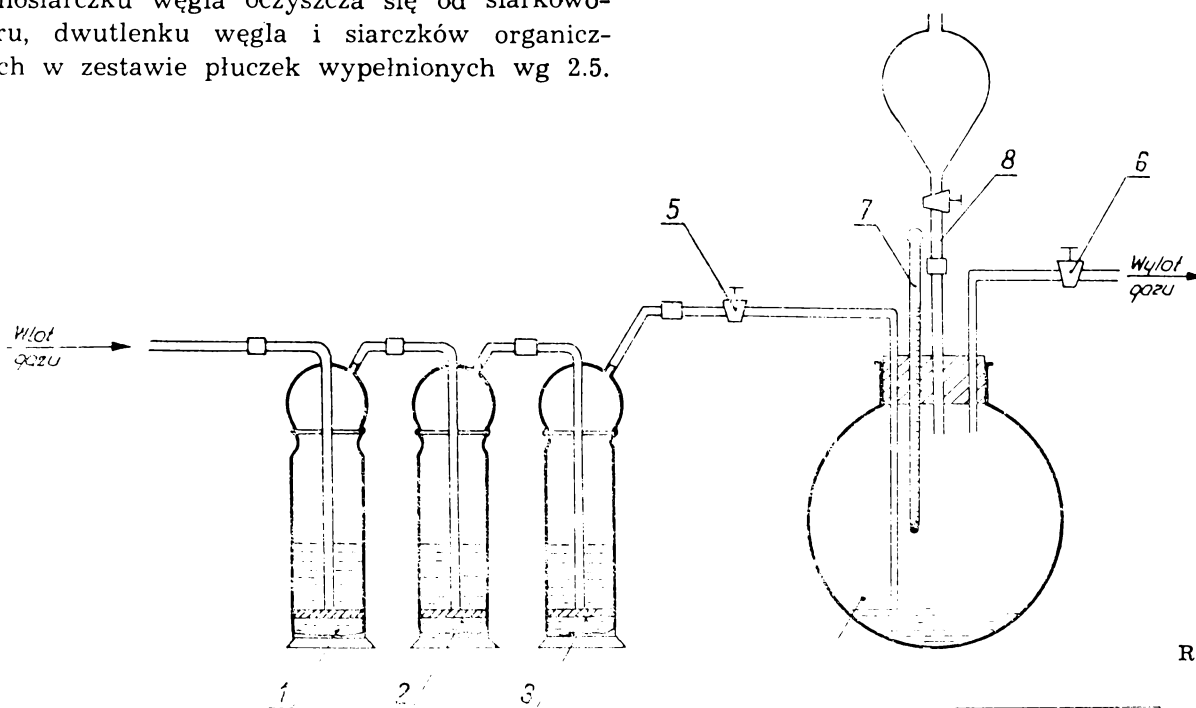
2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody. Oznaczanie tlenosiarczku węgla w gazie miejskim polega na zaabsorbowaniu go w środowisku alkalicznym, przeprowadzeniu reakcji pomiędzy powstałym siarczkiem potasowym i chlorowodorkiem p-amino-N,N-dwumetyloaniliny w obecności chlorku żelazowego i pomiaru absorpcji światła utworzonego roztworu błękitu metylenowego. Gaz przed oznaczaniem tlenosiarczku węgla oczyszcza się od siarkowodoru, dwutlenku węgla i siarczków organicznych w zestawie płuczek wypełnionych wg 2.5.

Zawartość tlenosiarczku węgla oblicza się wg wzoru podanego w 2.8.2.

2.2. Aparatura i przyrządy

- Trzy płuczki gazowe 1, 2, 3 pojemności 200 cm³ każda.
 - Kolba z dnem okrągłym 4 pojemności 2000 cm³.
 - Termometr 7 o działce elementarnej 0,5°C.
 - Rozdzielacz szklany 8 pojemności 100 cm³.
 - Kalorymetr (np. KF-3) z filtrem czerwonym (długość fali światła 670 μm) oraz z kompletem kuwet.
 - Wytrząsarka laboratoryjna elektryczna dla cieczy.
 - Kolba pomiarowa pojemności 25, 50, 100 i 1000 cm³.
 - Pipety pomiarowe pojemności 5 cm³ z podziałką co 1 cm³ oraz pojemności 10 cm³.
- Przyrządy wymienione od a) do d) łączy się w zestaw przedstawiony na rys. 1.



Rys. 1

BN-74/0541-03/16-1

Zgłoszona przez Instytut Gazownictwa

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Gazowniczego dnia 13 maja 1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1 kwietnia 1975 r. (Dz. Norm. i Miar nr 29/1974 poz. 89)

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra cz. wg BN-71/6191-100, roztwór 5-procentowy.

b) Błękit metylenowy cz.d.a., roztwór 0,0025-procentowy, przygotowany następująco: odważyć ściśle 0,025 g błękitu metylenowego cz.d.a. rozpuścić w około 800 cm³ gorącej destylowanej wody. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³ i po ochłodzeniu do temperatury otoczenia dopełnić wodą destylowaną do kreski. Z otrzymanego w ten sposób roztworu pobrać pipetą 10 cm³, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

c) Chlorek żelazowy sześciowodny cz.d.a., przygotowany następująco: odważyć ściśle 10,8 g sześciowodnego chlorku żelazowego cz.d.a., rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ w 300 cm³ wody destylowanej, dodać 50 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,18) i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

d) Chlorowodorek p-amino-N,N-dwumetyloaniliny cz.d.a., roztwór wodny przygotowany następująco: odważyć ściśle 0,2 g chlorowodorku p-amino-N,N-dwumetyloaniliny, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w 20 cm³ wody destylowanej, dodać 50 cm³ kwasu solnego cz.d.a. o gęstości 1,18 i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

e) Kwas solny cz.d.a. (1,18) wg BN-70/6191-90.

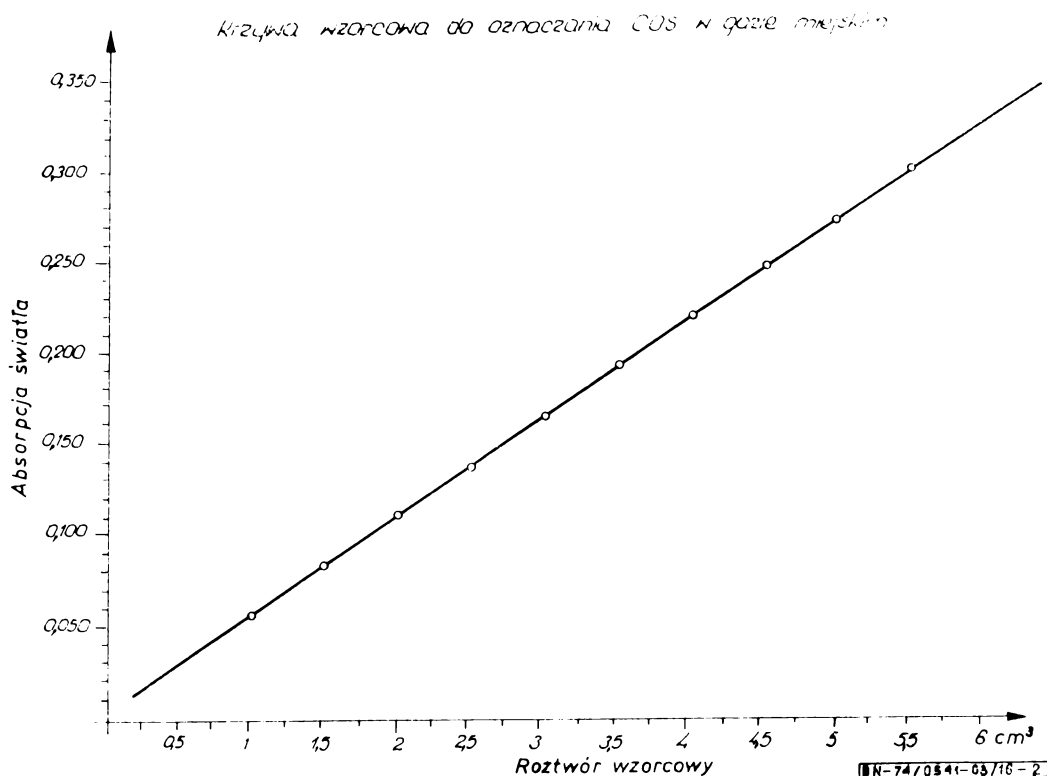
f) Wodorotlenek potasowy cz. wg BN-72/6191-104, roztwór 30-procentowy i 0,1n.

2.4. Sporządzanie krzywej wzorcowej do obliczania zawartości tlenosiarczku węgla. Z roztworu błękitu metylenowego sporządzonego wg 2.3b przygotować skalę roztworów wzorcowych. W tym celu do 10 kolb pomiarowych pojemności 25 cm³ każda należy odmierzyć kolejno po: 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5; 5 i 5,5 cm³ roztworu błękitu metylenowego, po 10 cm³ wody destylowanej, po 2 cm³ roztworu chlorowodorku p-amino-N,N-dwumetyloaniliny przygotowanego wg 2.3d) po 1 cm³ roztworu chlorku żelazowego, przygotowanego wg 2.3c) i każdą kolbę dopełnić wodą destylowaną do kreski.

W ten sposób przygotowane roztwory pozostawić bez dostępu światła na 30 min, po czym zmierzyć ich absorpcję światła za pomocą kolorymetru. Do pomiaru absorpcji światła stosuje się filtr czerwony (670 μm), a jako roztwór porównawczy, roztwór wodny wszystkich odczynników stosowanych do skali wzorców z pominięciem błękitu metylenowego.

Na podstawie odczytanych wartości absorpcji światła wykreślić krzywą wzorcową w układzie współrzędnych, odkładając na osi rzędnych zmierzone wartości absorpcji światła (E_x) a na osi odciętych objętości roztworu błękitu metylenowego zawartego w badanych roztworach wzorcowych (cm³).

Przykład krzywej wzorcowej dla obliczania zawartości siarki związanej w postaci tlenosiarczku węgla wg rys. 2.



Rys. 2

2.5. Przygotowanie zestawu do oznaczania. Płuczki gazowe napełnić następująco: do płuczki 1 odmierzyć 100 cm³ 30-procentowego roztworu wodorotlenku potasowego wg 2.3f), do płuczki 2 i 3 odmierzyć po 50 cm³ roztworu azotanu srebra wg 2.3a). Wycechować objętość kolby 4 — wodą, mierząc jej objętość po zamknięciu korkiem, po czym kolbę dokładnie wysuszyć. Do kolby wprowadzić dwie rurki szklane zakończone kranami 5 i 6, termometr 7 wg 2.2c) i wylot rozdzielacza 8 umieszczonych w korku tak, jak na rysunku. Całość zestawzić, łącząc za pomocą węża gumowego w zestaw wg rys. 1.

2.6. Przygotowanie próbki do oznaczania

2.6.1. Pobranie próbki do oznaczania. Próbkę paliwa gazowego pobiera się bezpośrednio z przewodu gazowego o zredukowanym ciśnieniu do kolby z dnem okrągłym 4. Kolbę należy przepłukać, przepuszczając badane paliwo przez 5 do 10 min.

2.6.2. Wielkość próbki do oznaczania. Ilość paliwa gazowego potrzebnego do oznaczania uwarunkowana jest objętością kolby z dnem okrągłym 4 i wynosi około 2000 cm³.

2.7. Wykonanie oznaczania. Przygotowany wg 2.5 zestaw przepłukuje się najpierw około 20 dm³ badanego paliwa gazowego, oczyszczając go od siarkowodoru, dwutlenku węgla i siarczków organicznych w płuczkach 1, 2 i 3. W tym celu otwiera się krany 5 i 6, końcówkę przewodu gazowego o zredukowanym ciśnieniu podłączyć do wlotu płuczki 1. Wypływające z kolby 4 paliwo gazowe odprowadzić do wyciągu lub spalić w podłączonym w tym celu palniku. Po przepłukaniu zestawu pobiera się do kolby 4 próbkę paliwa gazowego do oznaczania i po zamknięciu kranów 5 i 6 odczytuje się temperaturę badanego paliwa gazowego oraz ciśnienie atmosferyczne.

Następnie 40 cm³ 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego wg 2.3f) odpowietrzyć przez 5-minutowe gotowanie i po szybkim ochłodzeniu do temperatury otoczenia wprowadzić do kolby 4 za pomocą rozdzielacza 8. Kolbę 4 wraz z oprzyrządowaniem odłączyć od płuczki 3 i umieścić w wstrząsarce na 30 min, po czym przenieść roztwór z kolby, zawierającej utworzony siarczek potasowy z reakcji tlenosiarczku węgla i 0,1 n roztworu wodorotlenku potasowego, do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Następnie do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³ odmierzyć 5 cm³ uprzednio otrzymanego roztworu, 2 cm³ roztworu chlo-

rowodoru p-amino-N,N-dwumetyloaniliny, przygotowanego wg 2.3d) 1 cm³ chlorku żelazowego, przygotowanego wg 2.3c), po czym dopełnić wodą destylowaną do kreski.

Tak przygotowaną próbkę pozostawić bez dostępu światła na 30 min, w celu wywołania reakcji kolorymetrycznej. Po tym okresie oznacza się absorpcję światła na kalorymetrze jak w 2.4.

2.8. Obliczanie wyników

2.8.1. Obliczanie objętości próbki badanego paliwa gazowego. Objętość próbki badanego paliwa gazowego zawartego w kolbie 4 przeliczyć na objętość (V_0) przy ciśnieniu 101,325 kN/m² (760 mm Hg) i temperaturze 0°C wg wzoru

$$V_0 = \frac{V \cdot (b - p) \cdot 273}{(273 + t) \cdot 760} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość kolby, odczytana z cechowania, dm³,

b — ciśnienie barometryczne, mm Hg,

p — prężność pary wodnej w temperaturze t , mm Hg, odczytana z tabl. 1 BN-65/0543-02,

t — temperatura gazu w kolbie 4, °C.

2.8.2. Obliczanie zawartości tlenosiarczku węgla. Z krzywej wzorcowej, wykonanej wg 2.4 wyznacza się najpierw objętość wzorcowego roztworu błękitu metylenowego odpowiadającą zmierzonej wartości absorpcji światła roztworu badanego.

Zawartość siarki występującej w paliwie gazowym w postaci tlenosiarczku węgla (X) obliczyć w mg/m³ wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 0,0025 \cdot 1000 \cdot 10}{V_0} \quad (2)$$

w którym:

a — objętość wzorcowego roztworu błękitu metylenowego wyznaczona z krzywej wzorcowej, cm³,

0,0025 — ilość mg siarki zawartej w 1 cm³ wzorcowego roztworu błękitu metylenowego,

V_0 — objętość próbki badanego paliwa gazowego, przy ciśnieniu 101,325 kN/m² (760 mm Hg) i temperaturze 0°C, dm³.

2.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą o więcej niż o 10% wyniku niższego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Gazownictwa — Kraków.

2. Normy związane

PN-71/C-96001 Paliwa gazowe do dystrybucji w gospodarce komunalnej

BN-72/0541-03 ark. 02 Paliwa gazowe. Oznaczanie siarki i związków siarki. Podstawowe określenia

BN-65/0543-02 Paliwa gazowe. Pomiar objętości gazu za pomocą gazomierza laboratoryjnego

BN-70/6191-90 Odczynniki. Kwas solny

BN-71/6191-100 Odczynniki. Azotan srebra

BN-72/6191-104 Odczynniki. Wodorotlenek potasowy

3. Normy zagraniczne

Anglia BS 3156 Methods for the analysis of fuel gases
Part 2. Special determinations

CSRS ČSN 65 6478 Stanovení chemických nečistot ve zkaplněných uhlovodíkových plynech

4. Autorzy projektu normy — mgr Barbara Jędrzejczyk — Instytut Gazownictwa O/Warszawa, inż. Longina Gadzała — Instytut Gazownictwa — Kraków.