

UKD 662.741:663.6:543.38

KOKSOW- NICTWO	NORMA BRANZOWA	BN-87
	Koksownictwo	0511-37
	Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych w wodach koksowniczych	Grupa katalogowa 1039

## 1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda badania w wodach zawartości zanieczyszczeń organicznych pochodzących z procesów pirolizy węgla.

Podany sposób oznaczania rozszerza zakres badań ujętych w BN-76/0511-03.

1.2. Zakres stosowania metody. Metoda służy do badania zawartości zanieczyszczeń z procesów termicznej przeróbki węgla w wodach w zakresie powyżej 0,5 mg/l.

## 2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody polega na usuwaniu części zanieczyszczeń organicznych z pobranej próbki przez ekstrahowanie ich rozpuszczalnikiem organicznym /chlorkiem metylenu lub cykloheksanem/.

Nie wyekstrahowane części adsorbują się z wody poekstrakcyjnej na żelu krzemionkowym, wymywa czterohydrofuranem, łączy z częściami wyekstrahowanymi i oznacza łącznie, wagowo.

### 2.2. Odczynniki i roztwory

a/ Chlorek metylenu cz.d.a., przedestylowany w aparaturze wg 2.3a/.

b/ Clorek sodowy cz.d.a.

c/ Cykloheksan cz.d.a., przedestylowany w aparaturze wg 2.3a/.

Zgłoszona przez Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla w Zabrze  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza  
Zarządzeniem nr 16/87 z dnia 1987.12.22 jako norma obowiązująca od dnia 1989.01.01

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

d/ Czterohydrofuran cz.d.a., przedestylowany w aparaturze wg 2.3a/.

e/ Siarczan sodowy bezwodny cz.d.a.

f/ Żel krzemionkowy, o uziarnieniu 70+230 mesh<sup>1/</sup>.

g/ Kwas solny cz.d.a., roztwór /1+1/.

h/ Wodorotlenek amonowy, roztwór 25% /m/m/.

### 2.3. Aparatura i przyrządy

a/ Aparat Soxhleta.

b/ Kolba kulista pojemności 50 ml z połączeniem szlifowanym.

c/ Kolby stożkowe z doszlifowanymi korkami pojemności 100+500 ml.

d/ Kolumna szklana ze spiekem G<sub>1</sub> o średnicy 35 mm i długości 400 mm.

e/ Kryształizatory.

f/ Miazadko laboratoryjne z prętem o zakończeniu motylkowym.

g/ Rozdzielacz pojemności 250 ml.

h/ Wyparka próżniowo-rotacyjna.

i/ Zestaw do destylacji rozpuszczalników z połączeniami szlifowanymi, zawierający kolumnę rektyfikacyjną Vigreux o długości około 400 mm.

Połączenia szlifowane w aparaturze należy łączyć bez użycia smaru.

2.4. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę do badań pobrać wg odpowiedniego arkusza PN-74/C-04620/00. Objętości próbek wody do wykonania oznaczania w zależności od przewidywanej zawartości substancji organicznych podano w tabelicy.

Zawartość substancji organicznych w wodzie mg/l	Objętość próbki wody do wykonania oznaczania l
0,5 + 5	3
5 + 10	1
10 + 20	0,5
powyżej 20	0,1

<sup>1/</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 4.

Oznaczanie należy wykonać przed upływem 24 h od chwili pobrania próbki. W przypadku, gdy jest to niemożliwe należy próbkę zakwasić roztworem kwasu solnego /2.2g/ do pH=3 wobec papierka wskaźnikowego i przechowywać w temperaturze 4°C. Oznaczanie dla takiej próbki należy wykonać przed upływem 72 h.

## 2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych w wodach i ściekach w zakresie 0,5-20 mg/l. Do próbki pobranej zgodnie z 2.4 dodać roztworu kwasu solnego /w przypadku, gdy nie była wcześniej utrwalona/ w takiej ilości, aby pH=3. Na każdy 1 l próbki dodać 100 g chlorku sodowego i 100 ml chlorku metylenu lub cykloheksanu. Roztwór ekstrahować przez 15 min mieszając mieszadłem laboratoryjnym /2.3f/ z prędkością 500 obr/min. Po rozdzieleniu warstw, warstwę organiczną przenieść do kolby stożkowej o odpowiedniej pojemności, dodać bezwodny siarczan sodowy /około 5 g na 100 ml roztworu/, wymieszać i po 10 min przesączyć przez miękki sączek do suchej kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem. Przemyc sączek i kolbę około 30 ml chlorku metylenu lub cykloheksanu.

Z ekstraktu oddestylować rozpuszczalnik w wyparce próżniowo-rotacyjnej /2.3h/, stosując kolbę kulistą pojemności 50 ml zważoną z dokładnością do 0,0001 g. Temperatura łaźni powinna wynosić 30±2°C w przypadku użycia do ekstrakcji chlorku metylenu oraz 60±2°C w przypadku użycia cykloheksanu.

Sączek z siarczanem sodu odcuszyć wstępnie na powietrzu w temperaturze pokojowej /pod wyciągiem/, a następnie wysuszyć w suszarce w temperaturze 110°C. Zatrzymane na powierzchni siarczanu sodowego zanieczyszczenia organiczne wymyć czterohydrofuranem 2.2d/ /około 30 ml na każde 5 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/.

Z roztworu oddestylować czterohydrofuran stosując kolbę kulistą zawierającą zanieczyszczenia organiczne po odparowaniu chlorku metylenu lub cykloheksanu.

Warstwę wodną po ekstrakcji odparować do objętości około 100 ml, skorygować odczyn roztworu do wartości pH=7 za pomocą wodorotlenku amonowego /2.2h/ w obecności papierka wskaźnikowego i wprowadzić do kolumny /2.3d/ wypełnionej żelalem krzemionkowym /2.2f/ do wysokości około 250 mm /wysokość dobrana tak, aby nie nastąpiło przebicie złoża wodą/. Wypełnienie kolumny przenieść ilościowo do krystalizatora i wysuszyć w suszarce w temperaturze 110°C, a następnie umieścić w gilzie ekstrakcyjnej aparatu Soxhleta /2.3a/. Zatrzymane na żelu krzemionkowym zanieczyszczenia organiczne ekstrahować w aparacie Soxhleta czterohydrofuranem w ciągu 4 h z szybkością 15 cykli/h. Ekstrakt po ostudzeniu do temperatury pokojowej przesączyć przez miękki sączek do suchej kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem. Oddestylować czterohydrofuran z ekstraktu w wyparce próżniowo-rotacyjnej, stosując kolbę kulistą zawierającą już część zanieczyszczeń organicznych wydzielonych wcześniej i utrzymując temperaturę łaźni 60±2°C. W tej temperaturze suszyć próbkę w wyparce rotacyjno-próżniowej aż do uzyskania stałej masy kolby z zanieczyszczeniami organicznymi. Kolbę z zawartością należy chłodzić w eksykatorze i ważyć z dokładnością 0,0001 g.

2.5.2. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń organicznych w wodach i ściekach w zakresie powyżej 20 mg/l. Próbkę o objętości 100 ml pobraną i przygotowaną zgodnie z 2.4 wprowadzić do rozdzielacza /2.3g/, zakwasić roztworem kwasu solnego /2.2g/ do pH=3 /w przypadku gdy nie była uprzednio utrwalona/ i dodać chlorek sodowy /2.2b/ w ilości 1,0g. Próbkę ekstrahować trzykrotnie chlorkiem metylenu /2.2a/ lub cykloheksanem /2.2c/, stosując w kolejnych operacjach wytrząsania porcje rozpuszczalnika w ilości 20; 10 i 10 ml. Każdorazowo wytrząsać próbkę przez 4 min, odczekać do rozdzielenia się warstw, oddzielić warstwy. Oddzielone z każdej ekstrakcji warstwy organiczne wprowadzić do wspólnej, suchej kolby stożkowej pojemności 100 ml.

W przypadku tworzenia się podczas ekstrakcji trudnej do rozdzielenia emulsji należy ją przenieść do kolby wraz z ekstraktem.

Jeżeli po opróżnieniu rozdzielacza część emulsji, nie dająca się wmyć cykloheksanem lub chlorkiem metylenu, zatrzymuje się na jego ściankach, należy rozdzielacz wmyć czterohydrofuranem i roztwór dołączyć do ekstraktu.

Następnie do kolby z ekstraktem dodać około 3 g bezwodnego siarczanu sodowego /2.2e/, a w przypadku ekstraktu zawierającego emulsję - około 5 g.

Zawartość kolby wymieszać i po 10 min przesączyć przez miękki sączek do suchej kolby stożkowej /2.3c/ pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem. Sączek i kolbę przemyć około 15 ml chlorku metylenu lub cykloheksanu. Dalej postępować jak w p. 2.5.1.

2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość substancji organicznych w badanej wodzie /X/ obliczyć w miligramach na litr wg wzoru

$$X = \frac{m - m_1}{V} \cdot 1000$$

w którym:

m - masa kolby z pozostałością po oddestylowaniu rozpuszczalników organicznych z ekstraktu, mg,

m<sub>1</sub> - masa kolby, mg,

V - objętość próbki użytej do oznaczania, ml.

2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać:

- przy zawartości substancji organicznych w zakresie 0,5÷5 mg/l - 20% wyniku niższego,

- przy zawartości substancji organicznych powyżej 5 mg/l - 10% wyniku niższego.

2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń zgodnych z 2.7.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-74/C-04620/00 Woda i ścieki. Pobieranie próbek. Postanowienia ogólne i zakres normy

BN-76/0511-03 Koksownictwo. Analiza wód powstających w procesach technologicznych koksowni

3. Autorzy projektu normy - dr inż. Teresa Szkuta-Pochopień, dr inż. Bogusław Wołany - Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze.

4. Informacje dotyczące odczynników - jako adsorbent poleca się stosować żel krzemionkowy: Kieselgel 40, firmy Merck.