

PALIWA GAZOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-89
	Paliwa gazowe Oznaczenie siarki i związków siarki	0541-03/05
	Oznaczenie siarkowodoru metodą jodometryczną	Zamiast BN-65/0543-05
		Grupa katalogowa 1039

1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczenie zawartości siarkowodoru w paliwach gazowych wg PN-87/C-96001.

2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości siarkowodoru większych niż 10 mg/m^3 .

3. Określenia — wg BN-72/0541-03/02.

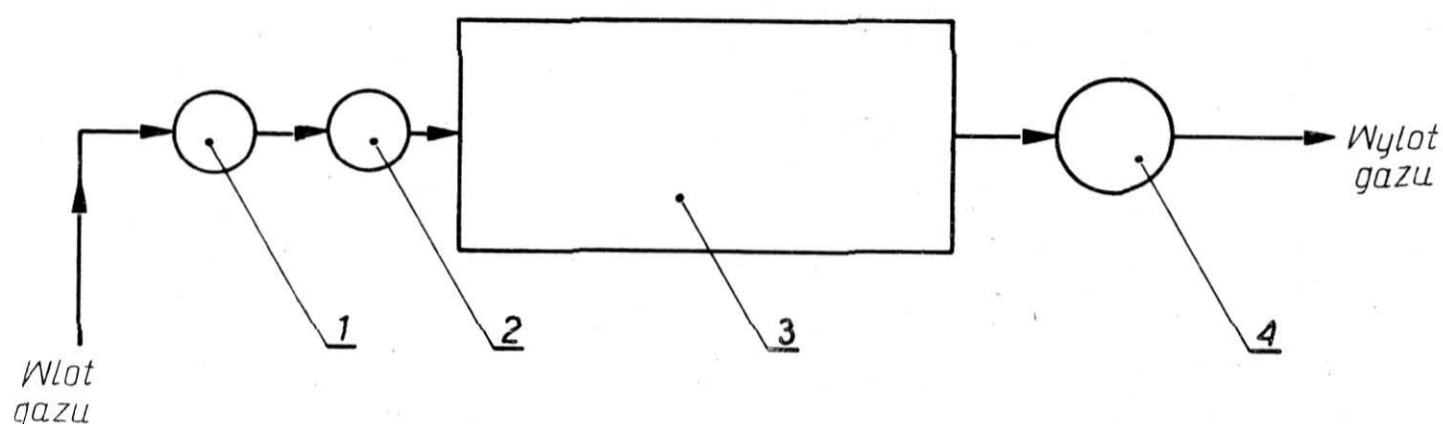
g) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 80%(m/m), ($\rho = 1,06$).

h) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+4, ($\rho = 1,86$).

i) Wata szklana.

6. Aparatura i przyrządy

a) Zestaw do absorpcji siarkowodoru z gazu wg rysunku.



BN-89/0541-03/05

4. Zasada metody. Metoda polega na zaabsorbowaniu siarkowodoru z określonej ilości badanego gazu w roztworze octanu kadmowego i następnie jodometrycznym miareczkowaniu w kwaśnym środowisku.

5. Odczynniki i roztwory

a) Octan kadmowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m) przygotować w następujący sposób: 100 g $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cd} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ zważyć z dokładnością do 0,1 g, rozpuścić w wodzie, dodać 120 cm^3 kwasu octowego i rozcieńczyć w kolbie pomiarowej do 1000 cm^3 .

b) Jod cz.d.a., roztwór mianowany o $c(\frac{1}{2}\text{J}_2) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

c) Jod, roztwór o $c(\frac{1}{2}\text{J}_2) = 0,01 \text{ mol/dm}^3$ przygotowany przez rozcieńczenie roztworu o $c(\frac{1}{2}\text{J}_2) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

e) Tiosiarczan sodowy, roztwór o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/dm}^3$ przygotowany przez rozcieńczenie roztworu o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

f) Skrobia rozpuszczalna, roztwór 0,5%(m/m).

W skład zestawu wchodzi następujące elementy:

— reduktor ciśnienia (1) stosowany przy pobieraniu próbek gazu pod zwiększonym ciśnieniem (powyżej $7,0 \text{ kPa}$),

— separator pyłów (2) — filtr szklany ze spiekem o średnicy porów $40 \div 60 \text{ m}\mu$ lub płuczka wg Dreschla pojemności 250 cm^3 wypełniona watą szklaną,

— płuczki absorpcyjne wg Dreschla (3) pojemności 250 cm^3 ,

— gazomierz laboratoryjny mokry (4) pojemności 2 lub 5 dm^3 , wycechowany wg BN-76/0541-09.

b) Biurety pomiarowe pojemności 50 cm^3 .

c) Kolby pomiarowe pojemności 1000 cm^3 .

d) Pipety pomiarowe pojemności 1, 20, 50 i 100 cm^3 .

e) Kolby stożkowe pojemności 500 cm^3 ze szlifowanym korkiem.

7. Przygotowanie próbki do badań. Zestaw aparaturowy do absorpcji wg 6a) połączyć ze źródłem badanego gazu, zgodnie z BN-88/0541-03/01.

Przed pobraniem próbek do dwóch płuczek absorpcyjnych włączonych w zestaw absorpcyjny wg 6a) wprowadzić po 60 cm^3 roztworu octanu kadmowego wg 5a). Przez zestaw przepuszczać gaz z szybkością $0,5 \div 1,5 \text{ dm}^3/\text{min}$.

Zgłoszona przez Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Polskie Górnictwo Naftowe i Gazownictwo dnia 30 stycznia 1989 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1989, poz. 6)

Objętość próbki gazu, jak również stężenie mianowanych roztworów do miareczkowania jodometrycznego zależą od przewidywanego stężenia siarkowodoru w analizowanym gazie.

Zalecane objętości próbek i stężenia roztworów w zależności od stężenia siarkowodoru podano w tabl. 1.

Tablica 1

Zawartość siarkowodoru mg/m ³	Stężenie roztworów do miareczkowania mol/dm ³	Objętość próbki gazu dm ³
10 ÷ 100	0,01	80 ÷ 40
100 ÷ 500	0,1	40 ÷ 20
> 500	0,1	< 20

8. Wykonanie oznaczania. Zawartość płuczek pochłaniających przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 500 cm³, dodać 25 ml roztworu jodu o stężeniu wg 5b) lub 5c) i 10 cm³ kwasu siarkowego wg 5h). Kolbę szybko zamknąć, zawartość wymieszać i odstawić w zaciemnione miejsce na 5 min. Następnie odmiareczkować nadmiar jodu roztworem tiosiarczanu sodowego o stężeniu wg 5b) lub 5c). Pod koniec miareczkowania dodać 1 cm³ roztworu skrobi jako wskaźnika i dokończyć miareczkowanie. Miareczkowanie uważa się za skończone, gdy roztwór nie zabarwi się po upływie 15 s. Równoległe z oznaczaniem wykonać ślepe próby.

9. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość siarkowodoru (X) obliczyć w mg/m³ wg wzoru

$$X = \frac{17 \cdot 10^3 (a - b) c}{V}$$

w którym:

- a — objętość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,
- b — objętość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania próbki, cm³,
- c — miano stosowanego roztworu tiosiarczanu sodowego, mol/dm³,
- V — objętość analizowanego gazu przeliczona na warunki normalne wg BN-76/0541-09, dm³,
- 17 — masa siarkowodoru odpowiadająca 1 cm³ roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1$ mol/dm³.

10. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami dwóch równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać danych wg tabl. 2.

Tablica 2

Zawartość siarkowodoru mg/m ³	Dopuszczalna różnica między wynikami jednej i tej samej próby w jednym laboratorium mg/m ³
10 ÷ 20	2
20 ÷ 50	5
50 ÷ 100	10
> 100	15

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-65/0543-05. Zmieniono sposób pobierania próbek gazu pod zwiększonym ciśnieniem zastępując kolumnę absorpcyjną z wypełniaczem i łapaczem kropli — zestawem płuczek absorpcyjnych wg Dreschla, co upraszcza metodę i zwiększa dokładność analizy.

3. Normy związane

PN-87/C-96001 Paliwa gazowe rozprowadzane wspólną siecią i przeznaczone dla gospodarki komunalnej

BN-88/0541-03/01 Paliwa gazowe. Oznaczanie siarki i związków siarki. Postanowienia ogólne

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

BN-76/0541-09 Paliwa gazowe. Pomiar objętości gazu za pomocą gazomierza laboratoryjnego

4. Autorzy projektu normy — mgr Elżbieta Pruszyńska, mgr inż. Małgorzata Czapan — Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa, Kraków.