

PALIWA GAZOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-90
	Paliwa gazowe Oznaczenie siarki i związków siarki Oznaczenie zawartości tlenosiarczku węgla metodą kolorymetryczną	0541-03/06
		Zamiast BN-74/0541-03/16
		Grupa katalogowa 1039

1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania tlenosiarczku węgla zawartego w gazie miejskim odpowiadającym grupie I wg PN-87/C-96001.

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.

3. Określenia — wg BN-72/0541-03/02.

4. 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 pomiarze absorbancji roztworu utworzonego błękitu metylenowego. Gaz przed oznaczeniem tlenosiarczku węgla oczyszcza się od siarkowodoru, dwutlenku węgla i siarczków organicznych.

5. Odczynniki i roztwory

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

b) Błękit metylenowy cz.d.a. roztwór 0,00025%(m/m), przygotować w następujący sposób: odważyć 0,025 g błękitu metylenowego zważoną z dokładnością do 0,0001 g 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. 1 cm³ tego roztworu zawiera 0,0025 mg S.

c) Chlorek żelazowy sześciowodny cz.d.a., przygotować w następujący sposób: odważyć 10,8 g sześciowodnego chlorku żelazowego cz.d.a. z dokładnością do 0,01 g, 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 przygotować w następujący sposób: odważyć 0,2 g chlorowodoru *p*-amino-*N,N*-dwu-

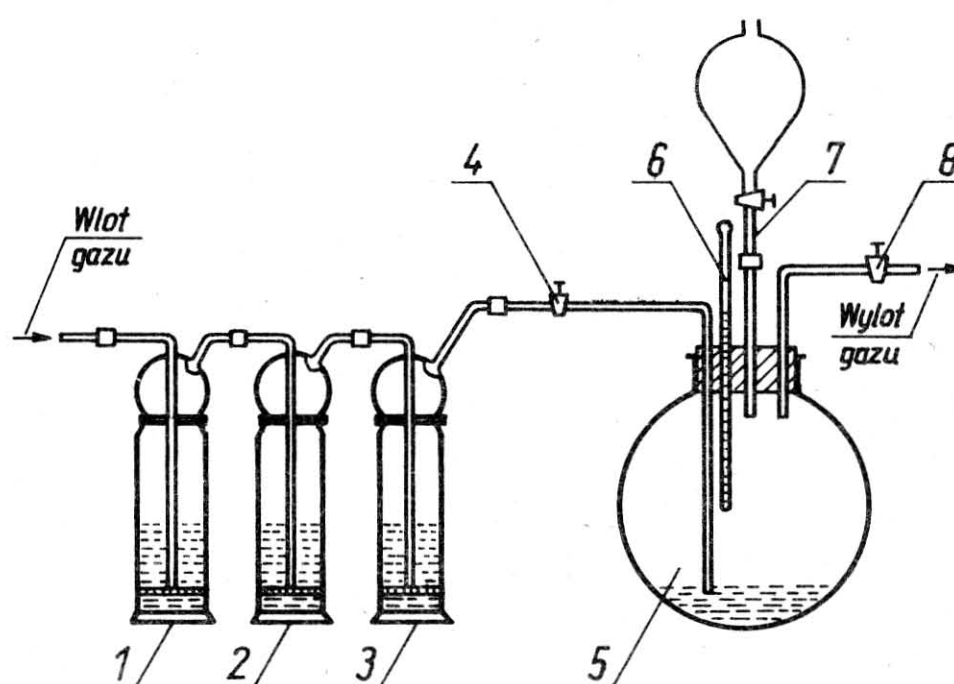
metyloaniliny z dokładnością 0,01 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ w 20 cm³ wody destylowanej, dodać 50 cm³ kwasu solnego cz.d.a. (1,18) i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Trwałość roztworu — 7 dni.

e) Wodorotlenek potasowy cz. wg BN-72/6191-104, roztwór 30%(m/m) i roztwór o $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

Roztwory muszą być odtlenione przez przepuszczenie argonu przez roztwór przez okres 5 min.

6. Aparatura i przyrządy

a) Zestaw do oznaczania — wg rys. 1.



PN-90/0541-03/06-1

Rys. 1. Zestaw do oznaczania

1, 2, 3 — płuczki gazowe pojemności 200 cm³, 4 — kran jednodrogowy, 5 — kolba z okrągłym dnem pojemności 2000 cm³, 6 — termometr o działce elementarnej o 0,5°C, 7 — wkraplacz szklany pojemności 100 cm³, 8 — kran jednodrogowy

b) Kolorymetr (np. KF-3) z filtrem czerwonym lub inny spektrofotometr o możliwości pomiaru absorbancji przy długości fali 670 nm wraz z kompletem kuwet.

c) Wytrząsarka laboratoryjna elektryczna dla cieczy.

d) Kolby pomiarowe pojemności 25, 50, 100 i 1000 cm³.

e) Pipety pomiarowe pojemności 5 i 10 cm³ z podziałką co 1 cm³.

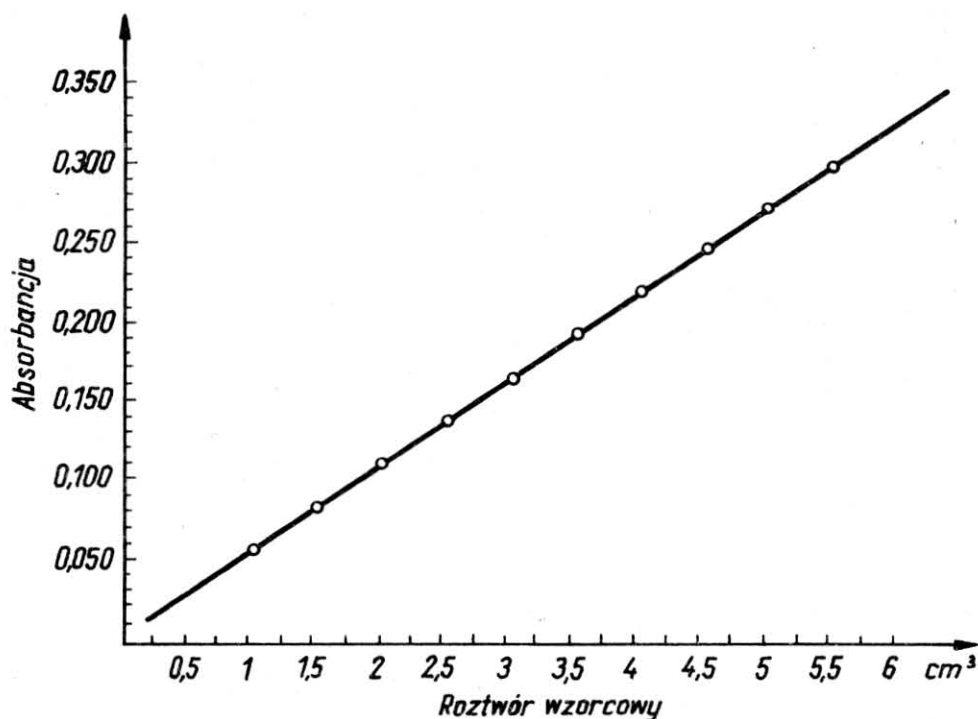
Zgłoszona przez Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Polskie Górnictwo Naftowe i Gazownictwo dnia 25 stycznia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1990 poz. 15)

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

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

Na podstawie odczytanych wartości absorbancji wykreślić krzywą wzorcową w układzie współrzędnych, odkładając na osi rzędnych zmierzone wartości absorbancji światła, 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.



BN-90/0541-03/06-2

Rys. 2. Krzywa wzorcowa do oznaczania COS w gazie miejskim

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

9. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę paliwa gazowego pobiera się bezpośrednio z przewodu gazowego do kolby z dnem okrągłym (5). Kolbę należy przepłukać, przepuszczając badane paliwo przez 5 do 10 min. Ilość paliwa gazowego potrzebnego do oznaczania uwarunkowana jest objętością kolby (5) i wynosi około 2000 cm³.

10. Wykonanie oznaczania. Przygotowany wg 6a) zestaw przepłukuje się najpierw około 20 dm³ badanego paliwa gazowego, oczyszczając go od siarkowodoru, dwutlenku węgla i siarczków organicznych w płuczce (1). W tym celu otworzyć kran (4) i (8), końcówkę przewodu gazowego o zredukowanym ciśnieniu podłączyć do wlotu płuczki (1). Wyływające z kolby (5) paliwo gazowe odprowadzić do wyciągu lub spalić w podłączonym w tym celu palniku. Po przepłukaniu zestawu pobrać do kolby (5) próbkę paliwa gazowego do oznaczania i po zamknięciu kolejno kranów (4) i (8) odczytać temperaturę badanego paliwa gazowego oraz ciśnienie atmosferyczne.

Następnie 40 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ wprowadzić do kolby (5) za pomocą rozdzielacza (7). Kolbę (5) wraz z oprzyrządowaniem odłączyć od płuczki (3) i umieścić w wytrząsarce na 30 min po czym przynieść ilościowo roztwór z kolby, zawierający utworzony siarczek potasowy z reakcji tlenosiarczku węgla i roztworu wodorotlenku potasowego $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ 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 chlorowodoru *p*-amino-N,N-dwumetyloaniliny wg 5d), 1 cm³ chlorku żelazowego wg 5c), 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 absorbancję na kolorymetrze jak w (7).

11. Obliczanie wyniku oznaczania. Z krzywej wzorcowej, wykonanej wg (7) 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

$$X = \frac{a \cdot 0,0025 \cdot 1000 \cdot 10}{V_0}$$

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, przeliczona na warunki normalne wg BN-76/0541-09, dm^3 ,
10 — współczynnik przeliczenia objętości.

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

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-74/0541-03/16. Skreślono jako niepotrzebne podanie sposobu przeliczania objętości oraz zmieniono numerację punktów normy.

3. Normy związane

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

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

BN-71/6191-100 Odczynniki. Azotan srebra

BN-72/6191-104 Odczynniki. Wodorotlenek potasowy

4. Normy zagraniczne

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

CSRS CSN 65 6478 Stanoveni chemických nečistot ve zkaplnených zhlowodikových plynech

5. Autorzy projektu normy — mgr Barbara Jędrzejczyk, mgr

Elżbieta Pruszyńska, mgr inż. Małgorzata Czapan — Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa.