

PALIWA GAZOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Paliwa gazowe Oznaczanie zawartości benzolu	0541-10
		Zamiast BN-66/0543-08
		Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości benzolu w paliwach gazowych grupy I wg PN-71/C-96001 oraz surowych (nie oczyszczonych) gazach pochodzenia węglowego.

1.2. Rodzaje metod. Norma obejmuje dwie metody oznaczania zawartości benzolu w paliwach gazowych:

- a) metodę wymrażania,
- b) metodę adsorpcji na węglu aktywnym.

W celu otrzymania dokładniejszych wyników z oznaczania zawartości benzolu należy stosować metodę wymrażania. Wyniki otrzymane metodą adsorpcji są 10 ÷ 20% niższe od wyników otrzymanych metodą wymrażania.

1.3. Zakres stosowania metod. Podane metody należy stosować przy oznaczaniu par benzolu w gazach pochodzenia węglowego surowych i oczyszczonych: metodę wymrażania przy stężeniu par benzolu nie

niższych niż 0,2 g/m³ gazu i metodę adsorpcji przy stężeniach nie niższych niż 0,4 g/m³ gazu.

2. METODA WYMRAŻANIA

2.1. Zasada metody polega na wymrażaniu par benzolu z osuszonego paliwa gazowego, podgrzaniu kondensatu do temperatury +25°C i odczytaniu jego objętości.

2.2. Aparatura i przyrządy - wg rys. 1

a) Zestaw do oczyszczania gazu:

- płuczki gazowe 1 i 2 pojemności 250 cm³,

- wieża adsorpcyjna 3 pojemności 1000 cm³.

b) Wieża adsorpcyjna 4 pojemności 500 cm³.

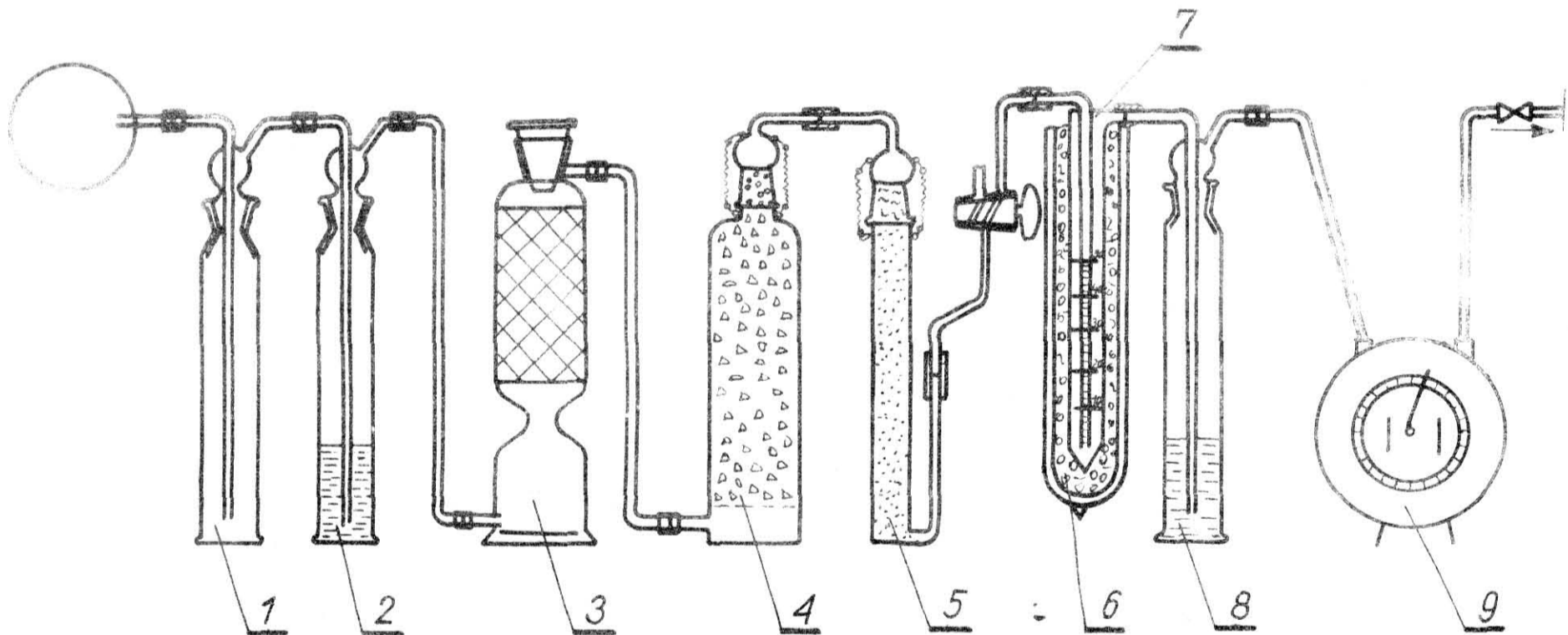
c) Wieża adsorpcyjna 5 pojemności 500 cm³.

d) Naczynie Dewara 6 wysokości 80 cm i średnicy 20 cm.

e) Kondensator 7 o wymiarach wg rys. 2.

f) Płuczka 8 o pojemności 250 cm³.

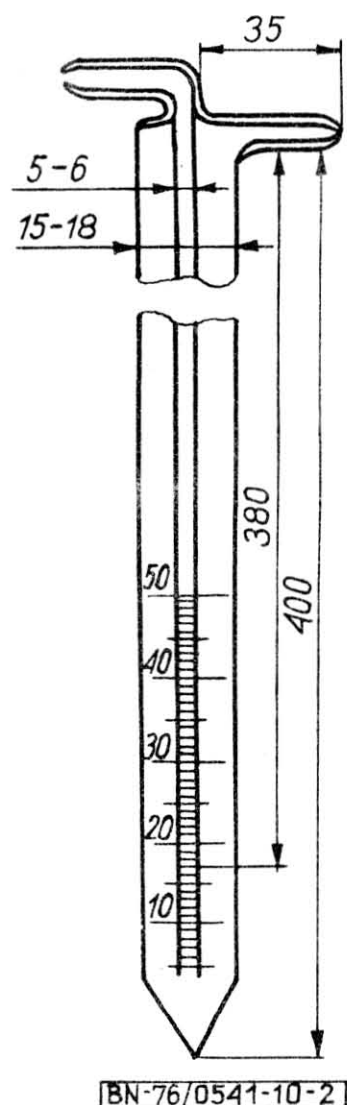
g) Gazomierz laboratoryjny 9.



BN-76/0541-10-1

Rys. 1. Aparatura do oznaczania benzolu

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 27/1976 poz. 113)



Rys. 2. Kondensator

2.3. Odczynniki i materiały

- Aceton cz.
- Chlorek wapniowy bezwodny, cz.
- Dwutlenek węgla - stały.
- Kwas pikrynowy cz.d.a., roztwór 0,8-procentowy (rozpuścić na gorąco).
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Nadchloran magnezowy cz., o wielkości ziarna od 1 do 2 mm.

g) Odczynnik do pochłaniania siarkowodoru przygotowany w następujący sposób: świeżą rudę darniową wg BN-76/0546-01 zmieszać z trocinami drzewnymi w stosunku 1 : 2. Wilgotność mieszaniny powinna wynosić około 20%. Jeżeli połowa masy ściemnieje (zużyje się), należy wymienić ją na nową.

Dopuszcza się stosowanie jako odczynnika do pochłaniania siarkowodoru 10-procentowy roztwór octanu ołowiowego zakwaszonego 10 cm³ kwasu octowego lodowatego na 1000 cm³ roztworu.

h) Wata szklana lub azbest włóknisty.

2.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania. W przypadku oznaczania benzolu w gazach surowych należy zastosować aparaturę wg rys. 1: - płuczkę gazową 1 wypełnić do 1/3 pojemności roztworem 10-procentowego kwasu siarkowego; - płuczkę gazową 2 wypełnić do 1/3 pojemności roztworem 0,8-procentowego kwasu pikrynowego; - wieżę adsorpcyjną 3 wypełnić masą do pochłaniania siarkowodoru; wieżę adsorpcyjną 4 wypełnić bezwodnym chlorkiem wapnia, nakrytym od góry watą szklaną (2.3 h); wieżę adsorpcyjną 5 wypełnić nadchloranem magnezowym, o

wielkości ziarna od 1 do 2 mm i zabezpieczyć z obu stron watą szklaną (2.3 h); naczynie Dewara 6 wypełnić kawałkami stałego dwutlenku węgla, następnie wlać taką ilość acetonu, aby ciecz przykryła stały dwutlenek węgla; płuczkę 8 wypełnić do 1/3 wysokości wodą w celu nawilgocenia gazu.

W przypadku oznaczania zawartości benzolu w gazie oczyszczonym, z zestawu aparatury podanego na rys. 1 usunąć płuczki 1, 2 i wieżę adsorpcyjną 3.

Po ustaleniu się temperatury mieszaniny chłodzącej w naczyniu Dewara 6, do naczynia wstawić kondensator 7. Naczynie Dewara przykryć warstwą waty szklanej (2.3.h), zestawieć aparaturę tak jak na rys. 1, połączyć ją ze źródłem paliwa gazowego w sposób podany w BN-75/0540-02 dla bezpośredniego pobierania próbek.

Sprawdzić szczelność aparatury zamykając wylot gazomierza i otwierając kurek doprowadzający gaz. Aparaturę uważać za szczelną, jeżeli przez płuczkę 8 nie przepływają pęcherzyki gazu.

2.5. Wykonanie oznaczania. Po sprawdzeniu szczelności aparatury odczytać stan gazomierza 9 ciśnienie barometryczne i temperaturę otoczenia, otworzyć kurek probierczy i ustalić szybkość przepływu paliwa gazowego na około 50 dm³/h.

Temperaturę i ciśnienie gazu w gazomierzu odczytywać co 2 h.

Po około 16 h zamknąć dopływ paliwa gazowego, odczytać stan gazomierza. Odłączyć kondensator od aparatury, wyjąć go z mieszaniny chłodzącej, podgrzać do temperatury +25°C i odczytać objętość wydzielonego kondensatu.

2.6. Obliczanie wyniku. Zawartość benzolu w badanym paliwie gazowym (X) obliczyć w g/m³ wg wzoru (1)

$$X = \frac{a \cdot d \cdot 1000}{V_0 + 0,003 \cdot a \cdot d} \quad (1)$$

w którym:

- a - objętość wydzielonego benzolu, w cm³,
d - gęstość benzolu, w g/cm³.

Jeżeli gęstość benzolu jest nieznaną, przyjąć wartość 0,88 - odpowiadającą benzolom z wysokotemperaturowej karbonizacji węgla;

V₀ - objętość gazu zużyta do analizy przeliczona na warunki normalne, w dm³, wg BN-76/0541-09;

0,003 · a · d - poprawka dla obliczenia objętości gazu zawierającego benzol.

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

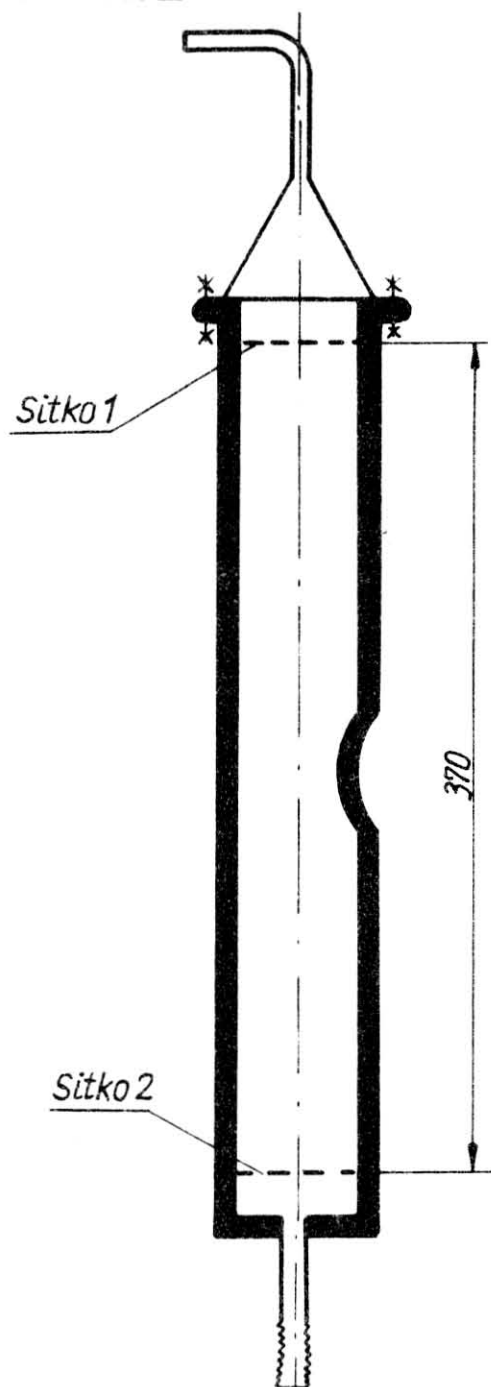
Do celów ruchowych dopuszcza się wykonanie jednego oznaczania.

3. METODA ADSORPCYJNA

3.1. Zasada metody polega na zaadsorbowaniu przez węgiel aktywny par benzolu z przepływającego paliwa gazowego, a następnie zdesorbowaniu go przezgrzaną parą wodną.

3.2. Aparatura i przyrządy

3.2.1. Aparaturę do procesu adsorpcji benzolu z gazu surowego zestawić wg rys. 3.



BN-76/0541-10-3

Rys. 3. Adsorber

- a) Zestaw do oczyszczania gazu:
 - płuczki gazowe 1 i 2 pojemności 250 cm³,
 - wieża adsorpcyjna 3 pojemności 1000 cm³.
 b) Wieża adsorpcyjna 4 pojemności 500 cm³.
 c) Wieża adsorpcyjna 5 pojemności 500 cm³.
 d) Adsorber metalowy 6 o wymiarach wg rys. 3.
 e) Płuczka 7 pojemności 250 cm³.
 f) Gazomierz laboratoryjny 8.

3.2.2. Aparaturę do procesu desorpcji benzolu wg rys. 5.

a) Kociołek 1 do wytwarzania pary wodnej z wodomierzem i rurką szklaną.

b) Przegrzewacz pary wodnej 2 (gazowy lub elektryczny) z termometrem.

c) Piec rurowy gazowy lub elektryczny 3 z termometrem.

d) Chłodnica spiralna 4, długości około 800 mm.

e) Odbieralnik 5.

f) Cylinder pomiarowy 6 o pojemności 500 cm³.

3.3. Odczynniki i materiały wg 2.3 b), d), e), g), h) oraz węgiel aktywny "N" wg PN-74/C-97554.

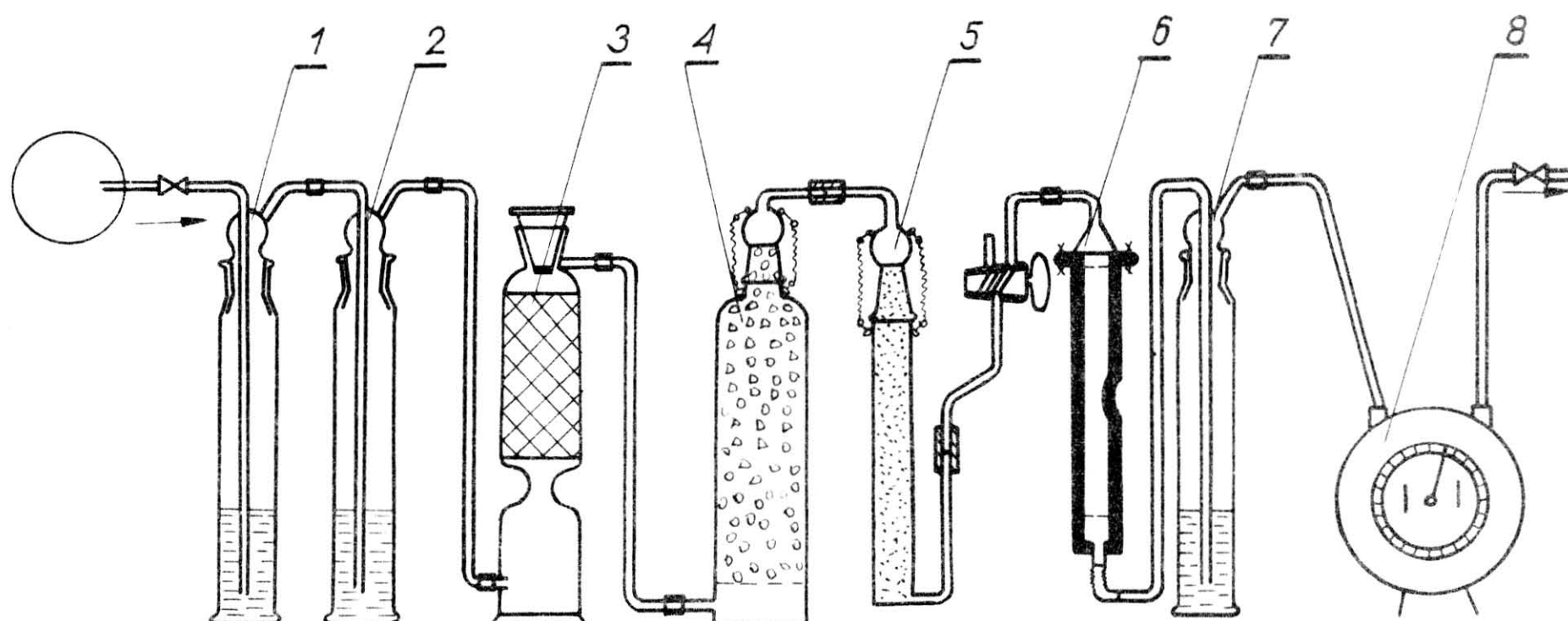
3.4. Przygotowanie aparatury do procesu adsorpcji benzolu. Aparaturę należy przygotować wg 2.4, natomiast adsorber metalowy 6 wypełnić węglem aktywnym "N". W celu wypełnienia adsorbera węglem aktywnym należy odkręcić stożkową część adsorbera.

Następnie zestawić aparaturę wg rys. 4, połączyć ze źródłem paliwa gazowego.

Sprawdzić szczelność aparatury wg 2.4.

3.5. Wyznaczenie poprawki dla procesów adsorpcji i desorpcji. Przez zestaw aparatury wg 3.4 przepuścić około 2000 dm³ paliwa gazowego przy szybkości przepływu około 300 dm³/h, a następnie zaadsorbowany benzol zdesorbować parą wodną wg 3.7.

Czynność adsorpcji i desorpcji powtarzać trzykrotnie, zbierając zdesorbowany benzol w jednym naczyniu. Następnie do adsorbera metalowego 6 wkropić dokładnie odmierzoną objętość benzolu, otrzymanego z poprzednich desorpcji, w ilości 3 do 4 cm³.



BN-76/0541-10-4

Rys. 4. Aparatura do adsorpcji benzolu

Następnie przeprowadzić desorpcję wg 3.7 do uzyskania stałej objętości warstwy benzolowej w odbieralniku.

Desorpcję każdorazowo należy przeprowadzać jednakową ilością pary wodnej, mierzoną ilością uzyskanego kondensatu wodnego.

Różnica pomiędzy ilością wkroplonego a ilością otrzymanego benzolu z desorpcji (w cm^3), jest poprawką dla procesów adsorpcji i desorpcji.

Wyznaczenie poprawki należy powtarzać do uzyskania dwóch wyników, w których różnica nie będzie większa niż 0,05 do 1,0 cm^3 . Średnią wartość przyjmując jako poprawkę α dla danego adsorbenta i paliwa gazowego.

Węgiel aktywny należy wymieniać co 30 oznaczeń. Dla każdej świeżej porcji węgla aktywnego należy wyznaczyć poprawkę.

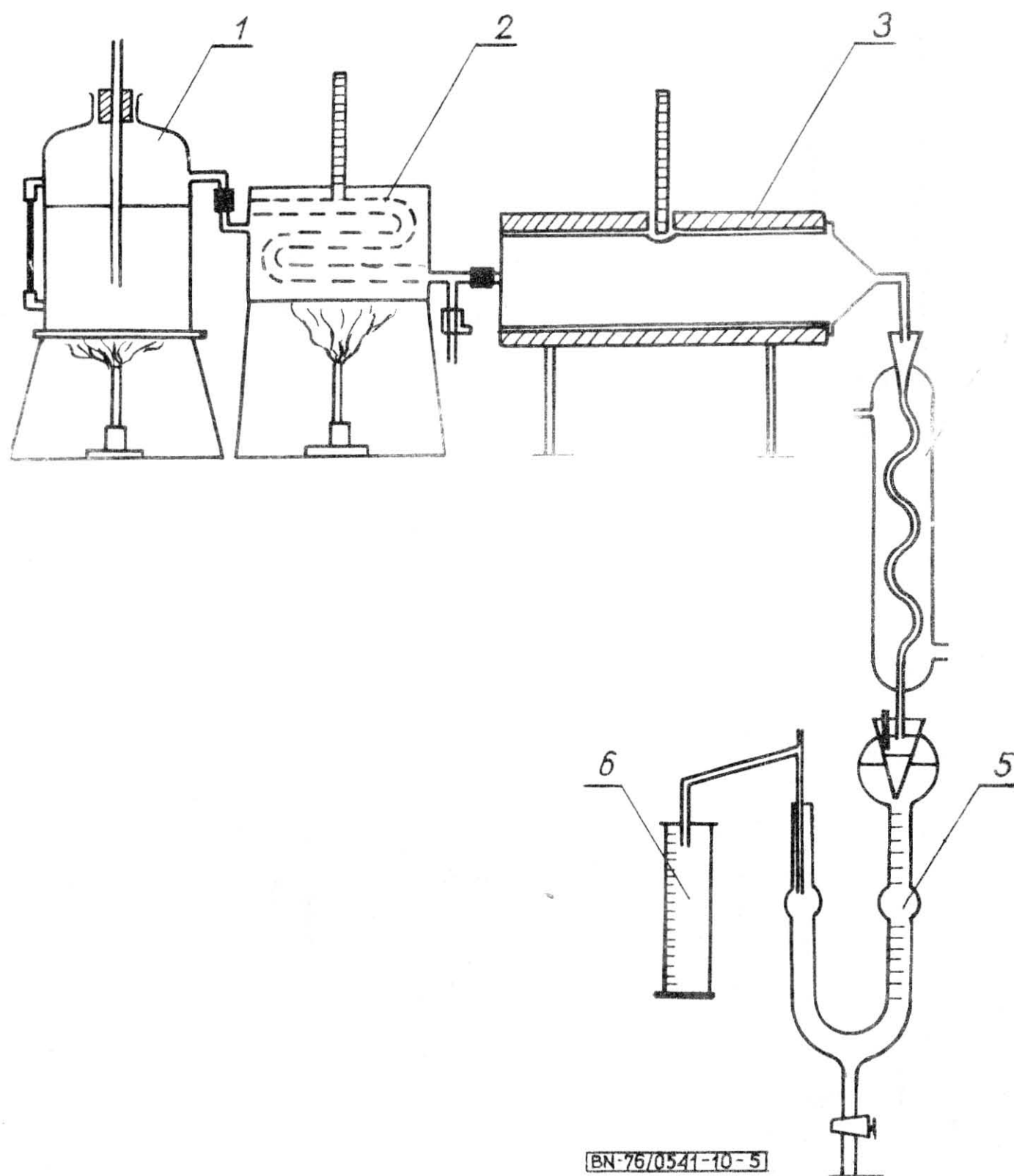
3.6. Wykonanie adsorpcji benzolu. Dla oznaczania zawartości benzolu w gazie surowym aparaturę zestawiać wg rys. 3. Dla oznaczania zawartości ben-

zolu w gazie oczyszczonym z zestawu podanego na rys. 3 usunąć płuczki 1 i 2 oraz wieżę adsorpcyjną 3. Przygotowany zestaw połączyć ze źródłem gazu i sprawdzić szczelność jak w 2.4. Odczytać stan gazomierza, ciśnienie barometryczne i temperaturę otoczenia. Otworzyć kurek probierczy i ustalić szybkość przepływu gazu na około 200 m^3/h .

Temperaturę i ciśnienie gazu, w gazomierzu odczytać na początku i na końcu pomiaru.

Po przepuszczeniu takiej ilości gazu, aby otrzymać 3 do 4 cm^3 zdesorbowanego benzolu, zamknąć dopływ gazu, odczytać stan gazomierza, odłączyć adsorber i oba jego końce szczelnie zamknąć za pomocą węży gumowych i ściskaczy.

3.7. Wykonanie desorpcji benzolu. Aparaturę do desorpcji benzolu zestawiać wg rys. 5. Kociołek 1 wypełnić wodą do $\frac{2}{3}$ wysokości i zamknąć korkiem z umieszczoną w nim rurką 7 długości 1 m i ogrzewać kociołek, przegrzewacz pary i piec.



BN-76/0541-10-5

Rys. 5. Aparatura do desorpcji benzolu

Gdy woda zagotuje się a temperatura przegrzewacza osiągnie 270°C, połączyć wylot kociołka 1 z przegrzewaczem 2, natomiast gdy temperatura pieca 3 osiągnie 70°C, otworzyć wylot adsorbera, włożyć go do pieca i podłączyć chłodnicę uprzednio zestawioną w całość z odbieralnikiem, a wylot pary przegrzewacza z wlotem do adsorbera.

Początkowo desorbowanie prowadzić ostrożnie, dając mały przepływ pary przez adsorber, równocześnie silnie ogrzewać piec, aby temperatura jego osiągnęła 360°C.

Zwiększyć wówczas przepływ pary tak, aby uzyskać 5 do 6 cm³ kondensatu na minutę.

Ilość przepuszczonej pary powinna zapewnić całkowite oddestylowanie benzolu i być równa ilości pary użytej przy wyznaczaniu poprawki.

Po zakończeniu przepuszczania pary odłączyć chłodnicę, przepłukać ją niewielką ilością wody (zawsze taką samą), spuścić część wody z odbieralnika, aby warstwa benzolu była w zakresie podziałki.

Odczytać ilość cm³ uzyskanego benzolu.

3.8. Obliczanie zawartości benzolu. Zawartość benzolu X w badanym paliwie gazowym obliczyć w g/m³ wg wzoru (2)

$$X = \frac{(a + \alpha) \cdot d \cdot 1000}{V_0 + 0,003 \cdot a \cdot d} \quad (2)$$

w którym:

a - objętość benzolu uzyskanego z desorpcji, cm³;

α - poprawka obliczona wg 3.5, cm³;

d - gęstość benzolu, g/cm³;

jeżeli gęstość benzolu jest nieznaną, przyjąć wartość 0,88 - odpowiadającą benzolom z wysokotemperaturowej karbonizacji węgla;

V₀ - objętość gazu zużyta do analizy przeliczona na warunki normalne, dm³ wg BN-76/0541-09;

0,003·a·d - poprawka dla obliczania objętości gazu zawierającego benzol.

3.9. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej z dwóch równoległych oznaczeń, nieróżniących się między sobą więcej niż 10% wyniku niższego.

Do celów ruchowych dopuszcza się wykonanie jednego oznaczenia.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Górniczego i Gazownictwa - Kraków.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/0543-08

a) przy oznaczaniu w gazie oczyszczonym wyeliminowano z zestawu aparatury płuczki z kwasem pikrynowym i wieżę adsorpcyjną z masą do pochłaniania siarkowodoru;

b) przepuszczaniu takiej objętości gazu by uzyskana ilość benzolu wynosiła 3 do 4 cm³;

c) wprowadzeniu na węgiel aktywny 3 do 4 cm³ benzolu dla wyznaczenia poprawki adsorpcji i desorpcji;

d) nasycaniu parą wodną gazu przed pomiarem;

e) w metodzie wymrażania zanurzaniu kondensatora bezpośrednio w mieszaninie chłodzącej;

f) stosowaniu tylko stałego dwutlenku węgla w acetonie jako mieszaniny chłodzącej;

g) odczytywaniu objętości wykroplonego benzolu po doprowadzeniu go do temperatury +25°C.

3. Normy związane

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

PN-74/C-97554 Węgiel aktywny adsorpcyjny formowany

BN-75/0540-02 Pobieranie próbek paliw gazowych do oznaczania składu

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

BN-76/0546-01 Masy czyszczące do suchego oczyszczania gazu od siarkowodoru

4. Autor projektu normy.- doc. dr Alicja Turowska - Instytut Górniczego i Gazownictwa Oddział w Warszawie - inż. Longina Gadzała - Instytut Górniczego i Gazownictwa Kraków.