

PALIWA GAZOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Paliwa gazowe	0541-11
	<b>Oznaczanie zawartości związków cyjanowych</b>	Zamiast BN-68/0543-10
		Grupa katalogowa X 39

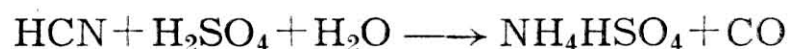
## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda ilościowego oznaczania związków cyjanowych — cyjanowodoru i dwucyjanu — w paliwach gazowych grupy I wg PN-71/C-96001 oraz surowych (nieoczyszczonych) gazach pochodzenia węglowego.

**1.2. Zakres stosowania metody.** Metodę należy stosować do oznaczania związków cyjanowych przy stężeniu powyżej 1,0 g HCN/100 m<sup>3</sup> gazu.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada metody.** Zasada oznaczania polega na związaniu w kwasie siarkowym związków cyjanowych z gazu wg reakcji

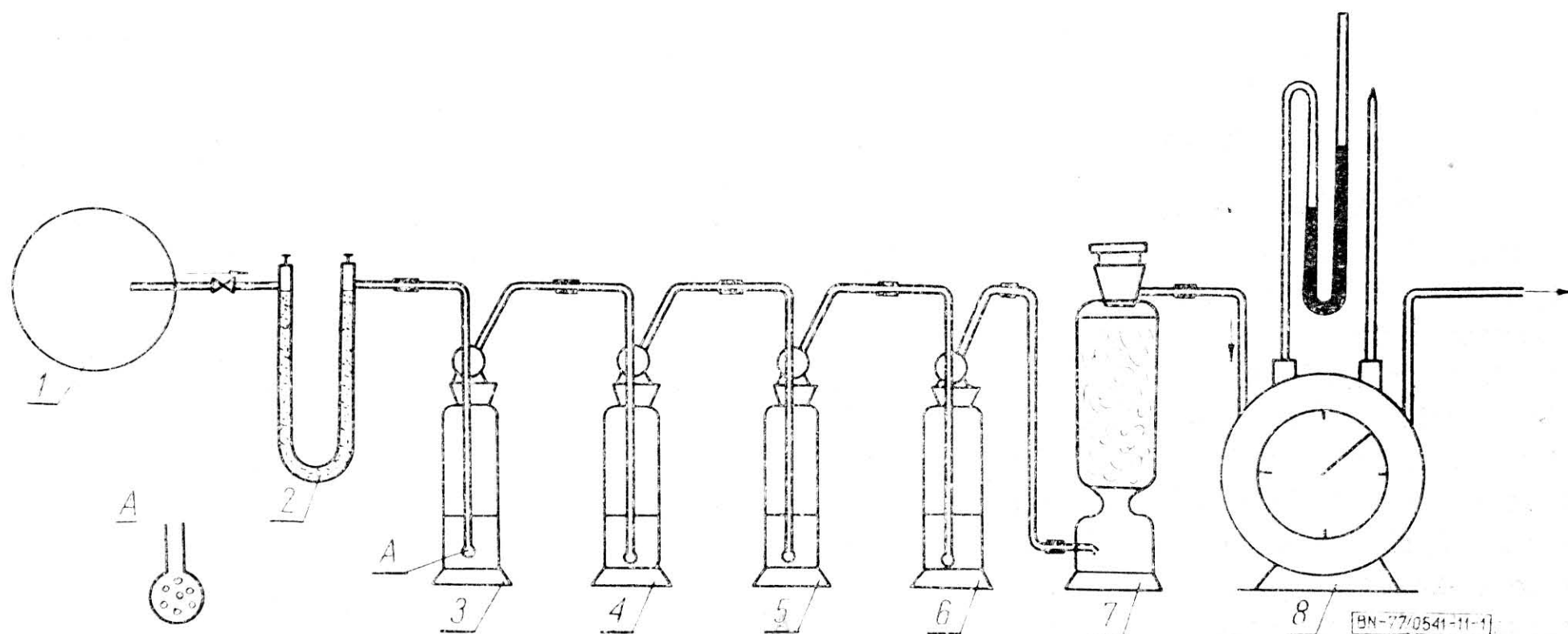


i rozłożeniu soli amonowej do amoniaku, który po oddestylowaniu do mianowanego roztworu kwasu siarkowego oznacza się ilościowo sposobem miareczkowym.

## 2.2. Aparatura

**2.2.1. Aparatura do absorpcji** — wg rys. 1, w skład której wchodzi:

- a) U-rurka (2) z zamknięciem na szlif, o pojemności 50 cm<sup>3</sup>,
- b) cztery płuczki gazowe (3, 4, 5 i 6), o pojemności 100 cm<sup>3</sup>,
- c) wieża absorpcyjna (7), o pojemności 250 cm<sup>3</sup>,
- d) gazomierz laboratoryjny (8).

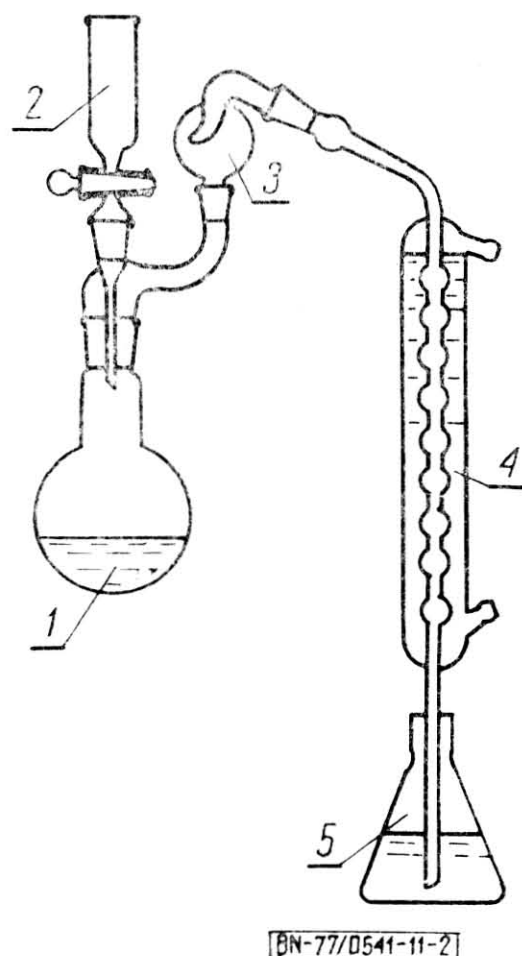


Rys. 1

Zgłoszona przez Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Górnictwa Naftowego i Gazownictwa  
dnia 15 stycznia 1977 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą  
od dnia 1 stycznia 1978 r. (Dz. Norm. i Miar nr 7/1977 poz. 20)

**2.2.2. Aparatura do destylacji** — wg rys. 2, w skład której wchodzi:

- kolba kulista ze szlifem (1), o pojemności 1000 cm<sup>3</sup>,
- wkraplacz ze szlifem (2), o pojemności 150 cm<sup>3</sup>,
- reflegmator jednokulkowy ze szlifem (3),
- chłodnica wodna kulkowa ze szlifem (4) o długości około 500 mm,
- kolba stożkowa (5), o pojemności 750 cm<sup>3</sup>.



Rys. 2

### 2.3. Odczynniki i roztwory

- Chlorek wapniowy cz., granulowany.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84), roztwór 0,1N i 10-procentowy.
- Masa do pochłaniania siarkowodoru: świeża ruda darniowa wg BN-76/0546-01 wymieszana z trocinami w stosunku 1:2. Wilgotność masy powinna wynosić około 20%. Masę należy wymieścić po zużyciu  $\frac{2}{3}$  ładunku w wieży absorpcyjnej, na co wskazuje jego ściemnienie. Dopuszcza się stosowanie do pochłaniania siarkowodoru 10-procentowego roztworu octanu ołowiowego zakwaszonego 10 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego na 1000 cm<sup>3</sup> roztworu. Roztwór ten powinien być każdorazowo świeżo przygotowany.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N i 30-procentowy.
- Wskaźnik Tashiro: 0,03-procentowy roztwór czerwieni metylowej zmieszać z 0,1-procentowym roztworem błękitu metylenowego w stosunku 10:1,5.

### 2.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania

**2.4.1. Przygotowanie aparatury do absorpcji.** U-rurkę (2) napełnić granulowanym chlorkiem

wapniowym. Płuczkę (3) napełnić około 25 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu kwasu siarkowego z dodatkiem kilku kropli wskaźnika Tashiro. Do płuczek (4, 5 i 6) nalać po 15 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego (1,84). Wieżę absorpcyjną (7) napełnić masą do pochłaniania siarkowodoru. Następnie aparaturę zestawić wg rys. 1, łącząc poszczególne elementy na styk, przygotować gazomierz do pomiaru objętości wg BN-76/0541-09, połączyć aparaturę ze źródłem badanego paliwa gazowego (1) i sprawdzić jej szczelność przy ciśnieniu paliwa gazowego nie wyższym niż 0,5 atm.

Aparaturę uważa się za szczelną, jeżeli przy zamkniętym odpływie paliwa gazowego z gazomierza i otwartym kurku probierczym przez roztwory w płuczkach nie przechodzą pęcherzyki gazu.

Próbkę gazu do oznaczania pobrać zgodnie z BN-75/0540-02.

### 2.4.2. Przygotowanie aparatury do destylacji.

Do kolby stożkowej (5) (rys. 2) odmierzyć 50 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu kwasu siarkowego i około 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Następnie zestawić aparaturę wg rys. 2.

**2.5. Wykonanie oznaczania.** Po przygotowaniu aparatury do absorpcji wg 2.4.1 odczytać stan gazomierza, ciśnienie barometryczne i temperaturę otoczenia. Otworzyć kurek probierczy i uregulować przepływ paliwa gazowego tak, aby prędkość przepływającego gazu w czasie analizy nie przekraczała 30 dm<sup>3</sup>/h. W zależności od zawartości związków cyjanowych w badanym paliwie gazowym do wykonania oznaczania należy przepuścić przez zestaw 100 do 150 dm<sup>3</sup> gazu. Pomiar objętości gazu pobranego do oznaczania wykonać wg BN-76/0541-09.

Po przepuszczeniu odpowiedniej objętości gazu zamknąć kurek probierczy, odczytać stan gazomierza i odłączyć płuczki (4, 5 i 6 — rys. 1). Roztwory z tych płuczek przenieść ilościowo do kolby kulistej (1 — rys. 2), zawierającej około 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, po czym roztwór w kolbie rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości około 250 cm<sup>3</sup>, wrzucić do niego kilka kapilek szklanych lub granulek cynku i kolbę podłączyć do aparatury przygotowanej wg 2.4.2.

Po wyłączeniu przepływu wody przez chłodnicę (4) wprowadzić do kolby z wkraplacza (2) małymi porcjami 300 cm<sup>3</sup> 30-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, ciągle mieszając zawartość kolby i oddestylować amoniak do kolby stożkowej (5). Proces destylacji zakończyć, gdy w kolbie kulistej pozostanie około  $\frac{1}{3}$  pierwotnej objętości roztworu.

Po zakończeniu destylacji odmiareczkować nadmiar kwasu siarkowego w kolbie stożkowej (5) 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego wobec wskaźnika Tashiro.

**2.6. Obliczanie wyników.** Zawartość związków cyjanowych w paliwie gazowym ( $X$ ) obliczyć w g/100 m<sup>3</sup>, w przeliczeniu na cyjanowodór wg wzoru

$$X = \frac{(a-b) \cdot 0,0027 \cdot 100 \cdot 1000}{V_0} = \frac{(a-b) \cdot 270}{V_0}$$

w którym:

- $a$  — objętość 0,1N roztworu kwasu siarkowego użytego do oznaczania, cm<sup>3</sup>,
- $b$  — objętość 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego użytego do odmiarecz-

kowania nadmiaru kwasu siarkowego, cm<sup>3</sup>,

0,0027 — ilość gramów cyjanowodoru odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu kwasu siarkowego,

$V_0$  — objętość gazu zużytego do analizy przeliczona na warunki normalne wg BN-76/0541-09, dm<sup>3</sup>.

**2.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza:

- w przypadku zawartości równej lub mniejszej niż 10 g HCN/100 m<sup>3</sup> gazu — 0,3 g HCN,
- w przypadku zawartości powyżej 10 g HCN/100 m<sup>3</sup> gazu — 5% HCN.

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-68/0543-10**

- a) określono zakres stosowania metody i ustalono granicę jej oznaczalności,
- b) podano zmodyfikowaną wersję aparatury do destylacji.

**3. Normy związane**

- PN-71/C-96001 Paliwa gazowe do dystrybucji w gospodarce komunalnej
- BN-75/0540-02 Pobieranie próbek paliw gazowych do oznaczania składu
- BN-76/0531-09 Paliwa gazowe. Pomiar objętości gazu za pomocą gazomierza laboratoryjnego

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

**4. Normy zagraniczne**

- Anglia BS 3156 Part 2: 1968 Methods for the analysis of fuel gases. Special determinations
- CSRS ČSN 38 5524 Stanoveni načistot v topných plynech
- ZSRR ГОСТ 5580-56 Газ для коммунально-бытового потребления. Методы испытаний

**5. Autorzy projektu normy** — mgr Barbara Jędrzejczyk — Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa Oddział Warszawa, inż. Longina Gadzała — Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa — Kraków.