UKD 662 71/74 546 221 1 062 547 569 1 062

PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	NORMA BRANŻOWA	BN-69 0511-11
	Produkty węglopochodne **Oznaczenie zawartości siarkowodoru i merkaptanów**	Grupa katalogowa X 39

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest jakościowe i ilościowe oznaczanie siarkowodoru i merkaptanów w produktach benzolowych.

1.2. Zakres stosowania normy. Metody te służą do wykrywania i oznaczania siarkowodoru i merkaptonów w produktach benzolowych.

1.3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczenie gęstości (masy właściwej)

PN/C-04333 Produkty węglopochodne. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. METODY OZNACZANIA

2.1. Przygotowanie próbki. Próbkę badanego produktu pobraną zgodnie z PN/C-04333 przesączyć, a następnie oznaczyć gęstość w temperaturze 20°C zgodnie z PN-66/C-04004 przy użyciu areometru.

2.2. Wykrywanie siarkowodoru i merkaptanów

2.2.1. Zasada wykrywania siarkowodoru i merkaptanów polega na reakcji siarkowodoru i merkaptanów z ołowinem sodowym. W obecności siarkowodoru powstaje czarny osad siarczku ołowiawego, w obecności merkaptanów powstają merkaptany ołowinu, które w reakcji z siarką przechodzą w dwusiarczki z wydzieleniem czarnego osadu siarczku ołowiawego.

2.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Siarka sublimowana cz.d.a.

b) Ołowin sodowy, roztwór: rozpuścić 25 g octanu ołowiawego cz.d.a. w 200 ml świeżo przegotowanej i ochłodzonej do temperatury pokojowej wody destylowanej. Otrzymany roztwór przesączyć i zmieszać z roztworem 60 g wodorotlenku sodowego cz.d.a. w 100 ml świeżo przegotowanej i ostudzonej wody destylowanej. Otrzymaną mieszaninę ogrzewać na łaźni wodnej przez 30 min i rozcieńczyć świeżo przegotowaną i ostudzoną wodą destylowaną do objętości 1000 ml. Przygotowany roztwór można stosować przez okres 3 miesięcy. Odczynnik ten należy przechowywać w szczelnie zamkniętej butelce. Jeżeli roztwór zmętnieje, należy go przed użyciem przesączyć.

c) Chlorek kadmowy cz.d.a., roztwór zawierający 100 g chlorku kadmowego cz.d.a. i 10 ml stężonego kwasu solnego o gęstości 1,18 w litrze roztworu.

2.2.3. Wykonanie badania. W cylindrze pomiarowym z doszlifowanym korkiem pojemności 50 ml odmierzyć 10 ml badanej próbki oraz 5 ml roztworu ołowinu sodowego, po czym wytrząsać całość energicznie przez 15 sek. Jeżeli po zmieszaniu próbki z roztworem ołowinu wytrąci się natychmiast czarny osad, świadczy to o obecności siarkowodoru. Jeżeli w czasie wytrząsania roztwór zmętnieje a następnie ściemnieje, świadczy to o obecności merkaptanów i wolnej siarki w badanej próbce. W przypadku stwierdzenia obecności siarkowodoru należy go usunąć przez wytrząśnięcie 100 ml próbki 10 ml roztworu chlorku kadmowego, po czym należy wykrywanie powtórzyć.

Jeżeli zabarwienie się nie zmieni lub jeżeli roztwór zabarwi się na kolor żółty, dodać około 20 mg siarki i powtórnie wytrząsać zawartość cylindra przez 15 sek. Brązowy lub czarny osad świadczy o obecności merkaptanów w badanej próbce.

2.3. Oznaczanie siarkowodoru

2.3.1. Zasadą oznaczania polega na wytrąceniu siarczku kadmowego roztworem chlorku kadmowego, zważeniu wydzielonego osadu i przeliczeniu jego ilości na siarkowodór.

2.3.2. Wykonanie oznaczania. Do 200 ml badanego produktu przygotowanego wg 2.1, znajdującego się w rozdzielaczu pojemności 500 ml, dodać 100 ml roztworu chlorku kadmowego i wytrząsać w ciągu 6 min. Wytrącony osad siarczku kadmowego przesączyć przez wysuszony do stałej masy sączek ze spiekanego szkła G4 lub G3, wyłożony azbestem.

Zakłady Koksochemiczne Hajduki
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 3 maja 1969 r
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1970 r
(Mon Pol nr 40/1969 poz 334)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk Wyd Norm W wa Ark wyd 0,25 Nakł 1600 + 61 Zam 2764/69 Cena zł 1 20

egzemplarz okazowy

Osad dokładnie przemyć na sączku wodą destylowaną i suszyć do stałej masy w temperaturze 105°C. Przesącz zachować do oznaczania merkaptanów.

Zawartośc siarkowodoru(X) w procentach wagowych obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,2359 \quad m}{V \quad \varrho} \quad 100$$

w którym:

m - masa otrzymanego siarczku kadmowego,g,

V - objętość produktu pobranego o oznaczania, cm^3,

ϱ - gęstość badanego produktu wg 2.1,g/cm^3,

0,2359 - mnożnik do przeliczenia siarczku kadmowego na siarkowodór.

2.4. Oznaczanie merkaptanów

2.4.1. Zasada oznaczania merkaptanow polega na przeprowadzeniu ich w merkaptydy działaniem nadmiaru mianowanego roztworu azotanu srebra.Niezwiązany azotan srebra oznacza się miareczkowo.

2.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Metanol cz.d.a.

b) Azotan srebra cz d a. roztwór 0,05n.

c) Rodanek amonu cz.d a., roztwór 0,05n.

d) Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a., roztwór. 40 g siarczanu rozpuścić w 20 ml 6n roztworu kwasu azotowego i 80 ml wody destylowanej. Roztwór gotować w celu usunięcia tlenków azotu, a następnie rozcieńczyć trzykrotną objętością wody destylowanej.

2.4.3. Wykonanie oznaczania. Przesącz uzyskany wg 2.3.2 przelać do rozdzielacza, zlać dolną warstwę wodną, a pozostały produkt przemyć trzykrotnie 20 ml wody destylowanej.

Odmierzyć 100 ml próbki nie zawierającej siarkowodoru lub 100 ml przemytego przesączu do rozdzielacza pojemności 200 ml, dodać 100 ml metanolu oraz wlac z biurety nadmiar 0,05n roztworu azotanu srebra. Całośc wytrząsać przez 2 min,po rozdzieleniu się warstw zlać dolną warstwę alkoholowo-wodną do kolby stozkowej pojemnosci 250 ml.Warstwę węglowodorową przemyć 10 ml wody destylowanej i wodę dołączyć do roztworu alkoholowo-wodnego. Z roztworu tego odmiareczkować nadmiar azotanu srebra 0,05n roztworem rodanku amonowego w obecności 2 ml roztworu siarczanu zelazowo-amonowego jako wskaźnika, do słabo rozowego zabarwienia. W czasie miareczkowania należy roztwór energicznie wstrząsać. Po zabarwieniu się roztworu na kolor rózowy dodać powtórnie mały nadmiar 0,05n roztworu azotanu srebra i odmiareczkować 0,05n roztworem rodanku amonowego. Równoczesnie należy wykonać slepą próbę przy użyciu tych samych odczynnikow, w tej samej ilości, lecz bez badanego produktu. W celu określenia punktu końcowego miareczkowania dopuszcza się stosowanie elektromagnetycznego pomiaru.

Zawartość merkaptanów (Y) w procentach wagowych, w przeliczeniu na merkaptan butylowy, obliczyć wg wzoru

$$Y = \frac{0,0045 \left[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)\right] \quad 100}{100 \quad \varrho}$$

w którym

0,0045 - ilość merkaptanu butylowego odpowiadająca 1 ml 0,05n roztworu azotanu srebra, g,

V_1 - objętość 0,05n roztworu azotanu srebra,dodanego do oznaczania, ml,

V_2 - objętość 0,05n roztworu rodanku amonowego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru azotanu srebra, ml,

V_4 - objętość 0,05n roztworu rodanku amonowego zużytego do slepej próby, ml,

V_3 - objętość 0,05n roztworu azotanu srebra,dodanego do slepej proby, ml,

ϱ - gęstość badanej próbki oznaczona zgodnie z PN-66/C-04004 (areometrem)

2.5. Wynik. Za wynik każdego oznaczania należy przyjąć srednią arytmetyczną wyników co najmniej dwoch oznaczan nie różniących się między sobą więcej niż o 15% mniejszego wyniku.

K O N I E C