

PRODUKTY NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Masa pogazowa	6011-04
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest masa pogazowa będąca surowcem siarkonośnym.

1.2. Określenia

1.2.1. Masa pogazowa - produkt wysycenia siarką masy czyszczącej (której podstawą jest ruda darniowa) w procesie odsiarczania paliw gazowych metodą suchą.

1.2.2. Ruda darniowa - naturalny produkt stężenia się wodorotlenków żelaza, tworzący złoża w postaci płytkich, niezwartych pokładów wydobywanych odkrywkowo.

1.3. Oznaczenie

MASA POGAZOWA BN-65/6011-04

1.4. Normy związane

PN/C-04506 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów sypkich

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Masa pogazowa powinna być wolna od przypadkowych zanieczyszczeń mechanicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
a) Zawartość wilgoci, %, najwyżej	25
b) Zawartość siarki (w przeliczeniu na suchą masę), %, co najmniej	37

3. PRZECHOWYWANIE, TRANSPORT I ZNAKOWANIE

3.1. Przechowywanie. Masę pogazową przechowuje się w sposób zabezpieczający przed przypadkowymi zanieczyszczeniami i samozapaleniem się.

3.2. Transport. Masę pogazową przewozi się luzem dowolnymi środkami transportowymi. W okresie

zimowym należy pokryć dno środka transportowego warstwą trocin o wysokości najwyżej 2 cm.

3.3. Znakowanie. Napis na opakowaniu powinien zawierać co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórcy,
- oznaczenie wg 1.3,
- wagę netto,
- wagę brutto.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN/C-04506 i PN/C-04507, pobierając próbki z każdego wagonu. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić około 200 g.

4.2. Opis badań

4.2.1. Oznaczanie zawartości wilgoci

4.2.1.1. Przyrządy

a) Suszarka elektryczna umożliwiająca utrzymanie temperatury $70 \pm 2^\circ\text{C}$.

b) Płaskie naczynko wagowe.

4.2.1.2. Wykonanie oznaczania. W uprzednio wysuszonym i zważonym naczynku wagowym umieścić 10 g masy pogazowej, zważonej z dokładnością do 0,001 g. Naczynko wraz z zawartością umieścić w suszarce elektrycznej i suszyć w temperaturze $70 \pm 2^\circ\text{C}$ tak długo, aż różnica dwóch kolejnych wagań nie będzie przekraczać 0,01 g. Następnie ostudzić w eksykatorze i zważyć.

4.2.1.3. Obliczanie wyniku. Zawartość wilgoci X w masie pogazowej należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G}$$

w którym:

- G_1 - masa naczynka z próbką przed suszeniem, g,
 G_2 - masa naczynka z próbką po wysuszeniu, g,
 G - odważka masy pogazowej, g.

4.2.1.4. Liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia.

4.2.1.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią

Centralne Laboratorium Gazownictwa
 Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 13 lipca 1965 r
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1965 r
 (Mon Pol nr 55/1965 poz 289)

arytmetyczną dwóch wyników oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,3% wyniku mniejszego.

4.2.2. Oznaczanie zawartości siarki

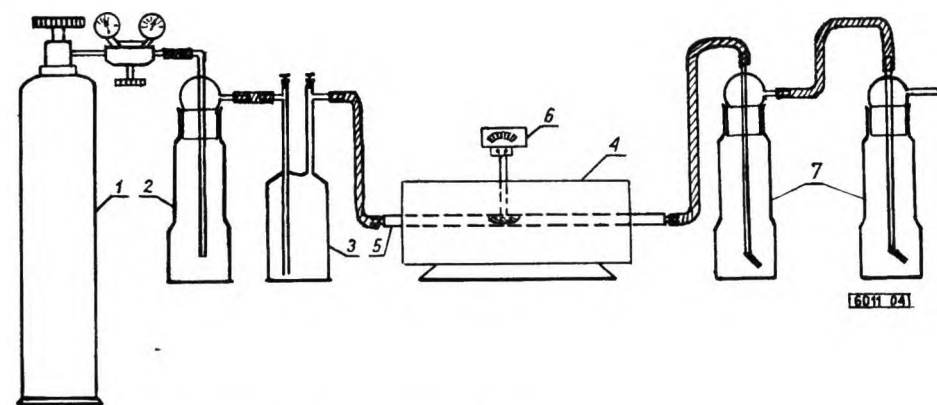
4.2.2.1. Przygotowanie próbki do oznaczania.

Próbkę masy pogazowej, otrzymaną wg 4.1, wysuszyć wg 4.2.1.2, a następnie rozdrobnić do wymiaru ziarna około 0,2 mm.

4.2.2.2. Odczynniki i roztwory

- Woda utleniona cz.d.a., roztwór 3-procentowy.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Tlen techniczny.
- Kwas siarkowy cz.d. = 1,84.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.2.3. Aparatura wg rysunku, w skład której wchodzi



Schemat aparatury do oznaczania siarki metodą spalania

- Butla z tlenem 1.
- Płuczka ze stężonym kwasem siarkowym 2.
- Łapacz kropel 3 lub płuczka gazowa.
- Piec rurowy 4 z termoregulacją i wskaźnikiem temperatury 6.
- Rura kwarcowa lub ceramiczna długości 80 cm 5.
- Dwie płuczki gazowe pojemności 250 ml 7.
- Łódka porcelanowa.

4.2.2.4. Przygotowanie aparatury do oznaczania.

Płuczki 2 napełnić do połowy stężonym kwasem siarkowym. Każdą z dwóch płuczek absorpcyjnych napełnić około 100 ml 3-procentowej wody utlenionej, zobojętnionej uprzednio 0,5n roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny. Następnie zestawić aparaturę według rysunku. Poszczególne elementy połączyć węzami gumowymi tak, aby rurki szklane stykały się ze sobą końcami. Po zestawie-

niu aparatury sprawdzić szczelność szlifów i połączeń w następujący sposób:

Na rurkę wylotową ostatniej płuczki 7 założyć kawałek węza gumowego ze ściskaczem dla zamknięcia przepływu tlenu. Dokręcić ściskacz i wytworzyć nadciśnienie przez otwarcie wypływu tlenu z butli. Ukazanie się pęcherzyków gazu w płuczce z kwasem siarkowym 2 świadczy o nieszczelności aparatury.

4.2.2.5. Wykonanie oznaczania. W łódce porcelanowej odważyć 0,3 g badanej masy pogazowej z dokładnością do 0,0002 g. Odważoną próbkę rozłożyć równą warstwą na dnie łódki, a następnie umieścić ją w odległości około 30 cm od wlotu rury w piecu rurowym, uprzednio nagrzanym do temperatury około 400°C i włączyć przepływ tlenu. Po włożeniu próbki temperaturę pieca podnieść do 800-850°C. W trakcie spalania regulować przepływ tle-

nu tak, aby perlenie w płuczce było dość intensywne, lecz nie burzliwe. Czas spalania wynosi około 20 min. Po tym czasie przerwać ogrzewanie pieca, odłączyć od rury płuczki absorpcyjnej i zamknąć dopływ tlenu. Zawartość płuczek zmieścić w 0,5n roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

4.2.2.6. Obliczanie wyniku. Zawartość siarki X w badanej próbce masy pogazowej obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,008016 \cdot 100}{G}$$

w którym:

- V - objętość ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
- G - odważka masy pogazowej, g,
- 0,008016 - ilość siarki odpowiadająca 1 ml ściśle 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego.

4.2.2.7. Wymagana liczba oznaczeń. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia.

4.2.2.8. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,3% wyniku mniejszego.

K O N I E C