

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65 527

Patent dodatkowy
do patentu _____

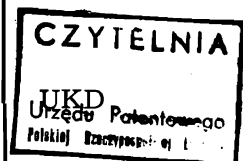
Zgłoszono: 13.I.1969 (P 131 171)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 25.VI.1972

Kl. 42 I, 4/04

MKP G 01 n, 7/02



Współtwórcy wynalazku: Henryka Zbraniborska, Józef Popanda

Właściciel patentu: Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla, Zabrze (Polska)

Urządzenie do oznaczania zawartości H_2S , HCN i CO_2 w gazie o dużej koncentracji tych składników

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do oznaczania zawartości H_2S , HCN i CO_2 w gazie o dużej koncentracji tych składników.

Dotychczas znane były urządzenia jedynie do oznaczania powyższych składników gazów indywidualnie, np. do oznaczania H_2S za pomocą nasyconego roztworu siarczynu miedziowego w kwasie siarkowym — używana była pipeta Hemla wypełniona rtęcią.

Do oznaczania cyjanowodoru metodą miareczkową — używano aparatury do absorpcji HCH w ługu i dodatkowo aparatury do miareczkowania.

Zawartość CO_2 wylicza się na podstawie wyników uzyskanych w poprzednich oznaczeniach.

Przy pomocy znanych aparatów nie można oznaczać zawartości H_2S , HCN i CO_2 w przypadku dużych stężeń tych składników w badanym gazie.

Celem wynalazku jest usunięcie dotychczasowych trudności, uniemożliwiających łączne oznaczenie H_2S , HCN i CO_2 w gazie o dużym stężeniu tych składników.

Urządzenie według wynalazku składa się z biurety gazowej, korzystnie o całkowitej pojemności 100 ml, posiadającej w górnej części zbiorniczek, korzystnie o pojemności 10 ml, a w środkowej części zbiornik, korzystnie o pojemności 80 ml, mający u dołu kalibrowaną, korzystnie z dokładnością do 0,2 ml, część cylindryczną o pojemności 10 ml. Biureta ta połączona jest u dołu przy po-

2

mocy grubościennego węża gumowego z naczyniem poziomym wypełnionym rtęcią, zamocowanym w sposób przesuwny na prowadnicy przymocowanej do statywu, w górnej części biureta ta połączona jest za pomocą kurka trójdrożnego i przewodów z płuczkami.

Płuczka służąca do absorpcji H_2S z badanego gazu ma u góry zbiorniczek miarowy na odczynnik absorbujący, korzystnie o pojemności 5 ml, a u dołu cylindryczne naczynie stanowiące właściwą płuczkę, która w dolnej części połączona jest węzłem grubościennym z naczyniem poziomym wypełnionym rtęcią, umocowanym w sposób przesuwny na prowadnicy. Od góry płuczka połączona jest kurkiem trójdrożnym ze wspólnym przewodem, do którego połączone są za pomocą kurków trójdrożnych: płuczka służąca do absorpcji sumy $H_2S+HCN+CO_2$ w ługu i manometr kompensacyjny pozwalający na korektę odczytu ilości wprowadzonego gazu do biurety. Na końcu wspólnego przewodu, po stronie płuczki, jest wąż gumowy służący do zasysania odczynnika do pipety i usuwania z pipety zużytego adsorbenta. Przy pomocy tego samego węża gumowego wprowadza się (po wykonaniu oznaczenia) wodę w celu oczyszczenia płuczki i powierzchni rtęci. Całość aparatury przymocowana jest do statywu, posiadającego podstawę wykształconą w formie wanienki, zapobiegającą rozlaniu się rtęci na podłogę, w przypadku stłuczenia się którejś z części aparatury.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku.

Urządzenie składa się z biurety gazowej 1, umieszczonej na statywie 2, połączonej grubościennym węzłem gumowym z naczyniem poziomowym 3, zamocowanym przesuwnie na prowadnicy 4 umocowanej do statywu 2, połączonej w górnej części za pomocą kurka trójdrożnego 5 z płuczkami 11 i 7 przewodem 6, przy czym płuczka 7 służąca do absorpcji H_2S z badanego gazu połączona jest węzłem gumowym z naczyniem poziomowym 8 umocowanym przesuwnie na prowadnicy 9, a w górnej części płuczka ta połączona jest kurkiem trójdrożnym 10 z przewodem 6 do którego podłączone są przy pomocy kurków trójdrożnych 12 i 13 płuczka 11 służąca do absorpcji sumy H_2S , HCN i CO_2 w ługu i manometr kompensacyjny 14.

Przykład wykonania analizy gazu za pomocą urządzenia według wynalazku.

W celu wykonania oznaczenia H_2S do płuczki 7 wprowadza się poprzez wąż gumowy 15 z dowolnego naczynia szklanego 5 ml nasyconego roztworu siarczanu miedziowego w kwasie siarkowym około 45-procentowym (odczynnik absorbujący) przy pomocy naczynia poziomowego 8. Odmierzenie 5 ml odczynnika absorbującego umożliwia zbiorniczek miarowy (pojemności 5 ml) znajdujący się u góry płuczki 7. Następnie do biurety gazowej 1 wprowadza się dokładnie 10 ml badanego gazu i 90 ml powietrza przy pomocy naczynia poziomowego 3. Dokładne wprowadzenie 10 ml gazu umożliwia zbiorniczek miarowy (poj. 10 ml), stanowiący górną część biurety 1, a dokładne odmierzenie 90 ml powietrza kalibrowana dolna część biurety 1. Zarówno badany gaz, jak i powietrze należy wprowadzać ostrożnie poprzez powolne opuszczanie naczynia poziomowego 3. Sumaryczna objętość badanego gazu i powietrza winna wynosić $100 \text{ ml} \pm \pm 0,2 \text{ ml}$.

W przypadku zassania większej objętości sumarycznej gazów, nie należy wypuszczać nadmiar gazu do atmosfery, tylko powtórzyć napełnienie biurety 1. Uwaga ta nie dotyczy pobierania próby gazu badanego, którego objętość należy skorygować do ilości dokładnie 10 ml naczyniem poziomowym 3. Przy wprowadzeniu gazów do biurety 1 łączymy ją przy pomocy przewodu 6 poprzez trójdrożne kurki 5 i 13 z manometrem kompensacyjnym 14 i korygujemy objętość gazów w biurecie 1 do objętości dokładnie 100 ml i ustalamy położenie zbiornika poziomowego manometru. Wszystkie kolejne odczyty dokonujemy przy tym samym jego położeniu. Mieszanie gazów z biurety 1 poprzez przewód 6 i kurki trójdrożne 5, 13, 12, 10 (odpowiednio ustawione) wprowadzamy do płuczki absorpcyjnej 7. Absorpcja H_2S odbywa się przez płuczkę 7 przy pomocy naczynia poziomowego do momentu uzyskania stałej objętości gazu po absorpcji. Ubytek gazu spowodowany zaabsorbowaniem siarkowodoru odczytuje się w biurecie 1, przy wyrównanych poziomach rtęci w biurecie 1 i naczyniu poziomym 3 oraz połączonym z biuretą 1 manometrze kompensacyjnym 14.

Zawartość H_2S w procentach objętościowych oblicza się wg wzoru:

$$A = a \cdot 10$$

(1)

gdzie: A — zawartość H_2S w % objętościowych,
a — ilość zaabsorbowanego H_2S w ml.

Następnie płuczkę 11 napełnia się roztworem 4n ługu potasowego i wprowadza do niej gaz po absorpcji H_2S z biurety 1, przepuszczając go kilkakrotnie tam i z powrotem, aż do uzyskania stałej jego objętości mierzonej w biurecie 1, przy wyrównaniu poziomu rtęci w naczyniu poziomowym 3 i biurecie 1. Odczytujemy na skali biurety 1 całkowitą objętość zaabsorbowanej masy gazów $H_2S + CO_2 + HCN$ (C % objętościowe).

Następnie po absorpcji opróżniamy biuretę 1 z gazu i napełniamy ją dokładnie 90 ml badanego gazu, po czym gaz ten z kolei poddajemy absorpcji w płuczce z ługiem potasowym 11, w którym absorbujemy $H_2S + CO_2 + HCN$. Powtórna absorpcja 90 ml badanego gazu ma na celu zwiększenie koncentracji jonów CN' w ługu potasowym, gdyż ilość HCN zawarta w 10 ml badanego gazu jest za mała do wykonania oznaczania metodą miareczkową. Po uzupełnieniu ilości HCN (zawartej w 10 ml badanego gazu) dalszymi 90 ml badanego gazu otrzymujemy w sumie wystarczające stężenie jonów CN' w ługu. Absorpcję prowadzimy do momentu uzyskania stałej objętości gazu po absorpcji, a następnie odłączamy płuczkę 11' od aparatu, otwieramy kurek 16 i spuszczaamy absorbent ilościowo do kolby miarowej pojemności 250 ml, przepłukując ją wodą i łącząc popłuczyny z ługiem w kolbie, następnie dopełniamy wodą destylowaną do kreski. Gaz z biurety 1 wypuszczamy do atmosfery.

Z tak otrzymanego roztworu pobiera się 10 ml przy pomocy pipety i wprowadza do wody bromowej zakwaszonej 8n H_2SO_4 . Ilość wody bromowej jest taka, by powstało ciemnożółte zabarwienie. Koniec pipety powinien być zanurzony w cieczy, aby uniknąć strat cyjanowodoru. Jako naczynie najlepiej nadaje się butelka z doszlifowanym szklanym korkiem. Woda bromowa winna odbarwić się najwyżej do słabożółtego koloru. Następnie butelkę zamknąć i wstrząsać ostrożnie, otwierając od czasu do czasu w celu wypuszczenia wydzielonego CO_2 . Odstawić na 5—10 min., po czym usunąć nadmiar bromu za pomocą kilku milimetrów roztworu fenolu. Odbarwiony roztwór wytrząsać silnie kilkakrotnie i po 15 minutach dodać 10 ml 10-procentowego roztworu KJ, a następnie pozostawić butelkę na 30 minut w ciemnym miejscu, po czym odmiareczkować nadmiarowy jod 0,1n roztworem tiosiarczanu sodu w obecności skrobi. 1 ml 0,1n $Na_2S_2O_3$ odpowiada 0,00135 g HCN. Zawartość HCN B% objętościowych w gazie wynosi:

$$B = \frac{f \cdot b \cdot 0,00135 \cdot 1000 \cdot 250}{1,22 \cdot 100} = 1,11 b \cdot f \cdot 2,5 \quad (2)$$

b — ilość ml zużytego 0,1n $Na_2S_2O_3$
f — faktor $Na_2S_2O_3$

Zawartość CO_2 w gazie D % obj. wynosi:

$$D = C - A - B \quad (3)$$

C — suma zaabsorbowanego $\text{H}_2\text{S} + \text{HCN} + \text{CO}_2$,
w % objętościowych

A — zawartość H_2S w gazie, w % objętościowych

B — zawartość HCN w gazie, w % objętościowych

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do oznaczania H_2S , HCN , CO_2 w gazie o dużej koncentracji tych składników, **znamiennie tym**, że składa się z biurety gazowej (1), umieszczonej na statywie (2) połączonej w dolnej części z naczyniem poziomym (3), zamocowanym w

sposób przesuwny na prowadnicy (4) umocowanej do statywu (2), zaś w górnej części połączonej za pomocą kurka trójdrożnego (5) z płuczkami (11) i (7), przewodem (6), przy czym płuczka (7) ma u góry zbiorniczek miarowy, a u dołu cylindryczne naczynie stanowiące właściwą płuczkę, która w dolnej części połączona jest z naczyniem poziomym (8) umocowanym w sposób przesuwny na prowadnicy (9), a w górnej części płuczka ta połączona jest kurkiem trójdrożnym (10) z przewodem (6), do którego również podłączone są przy pomocy kurków trójdrożnych (12) i (13) płuczka (11) i manometr kompensacyjny (14).

