

Verbrandingsprodukten van vaste brandstoffen
Bepaling van het gehalte aan zwavel in poederkoolas
na verbranding in een buisoven
Titrimetrische methode

NERLANDSE
NORM

NEN 2481

Combustion products of solid mineral fuels -Determination of the sulfur content in
powder coal ash after combustion in a furnace -Titrimetric method

1e druk, februari 1989

1 **Onderwerp en toepassingsgebied**

Deze norm beschrijft een methode voor de titrimetrische bepaling van het gehalte aan zwavel na verbranding in een buisoven.

De norm is van toepassing op poederkoolas en op produkten waarin poederkoolas is verwerkt.

2 **Beginsel**

Het monster wordt in een overmaat zuurstof verbrand. Het gevormde zwaveldioxide wordt geabsorbeerd in een oplossing van waterstofperoxide en daarbij omgezet in zwavelzuur. Dit wordt getitreerd met natriumtetraboraatoplossing.

3 **Reagentia en hulpstoffen**

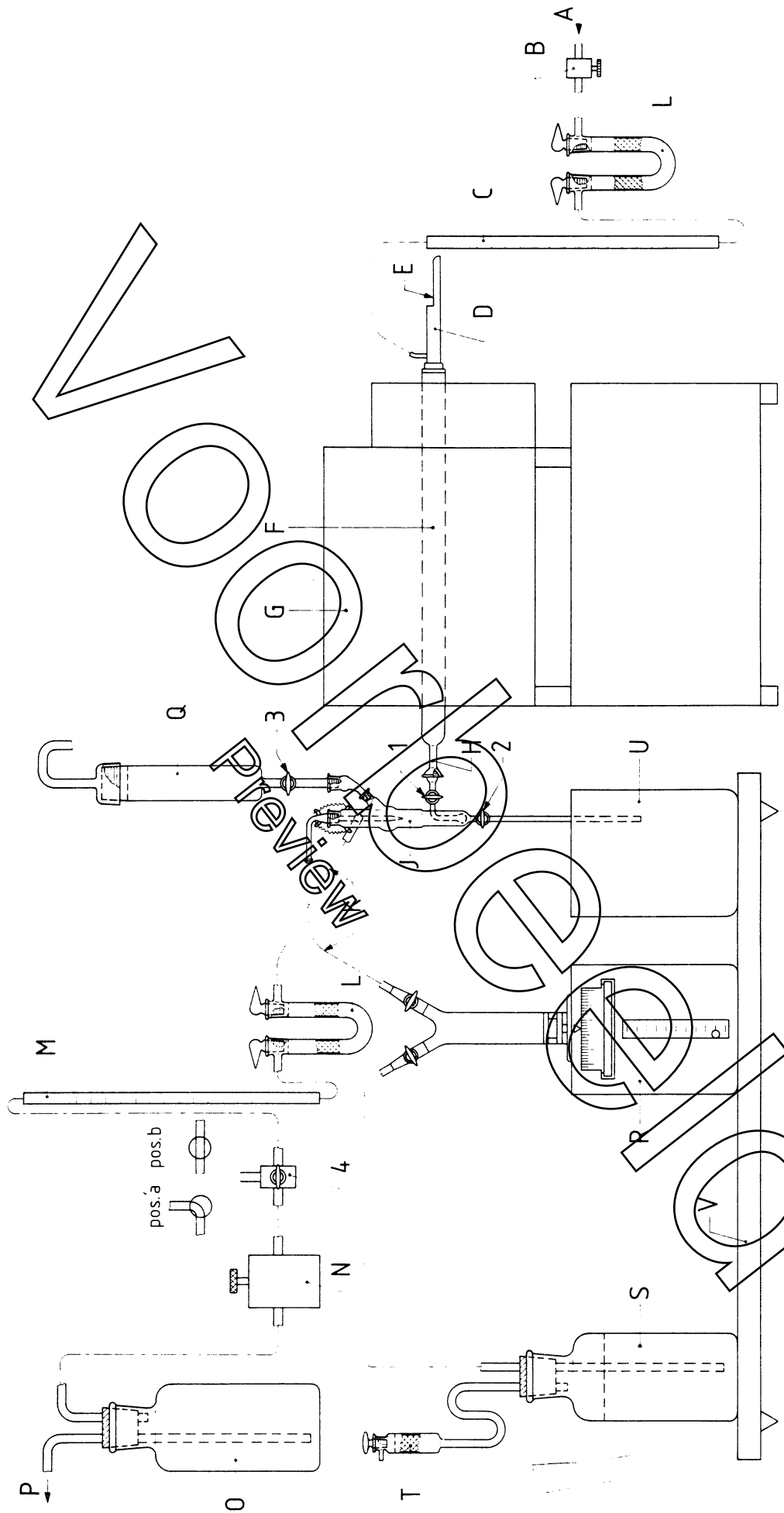
Gebruik alleen reagentia van analysekwaliteit en gedemineraliseerd water.

- 3.1 Verzadigde kwik(II)oxycyanide-oplossing bij 20 °C (ca. 45 g/l). Verzadig een hoeveelheid gedemineraliseerd water met kwikoxycyanide [$3\text{Hg}(\text{CN})_2 \cdot \text{HgO}$] onder voortdurend roeren. Filtreer de oplossing en neutraliseer de oplossing met zwavelzuur (3.9) t.o.v. een indicatoroplossing (3.3), tot de kleur van de oplossing van groen in paars verandert. Bewaar de oplossing in een bruine fles. De oplossing is vier dagen houdbaar.

Waarschuwing

Deze verbinding en oplossingen ervan zijn giftig en moeten met grote voorzichtigheid worden behandeld. Afval dient in een apart vat voor cyaniden te worden gedaan.

- 3.2 Natriumtetraboraatoplossing, ca. 0,02 mol/l.
Los ca. 4,0 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ of ca. 7,6 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ op in water en vul aan tot 1 l. Bepaal de concentratie (c_N mol/l) van de oplossing nauwkeurig door titratie met een zwavelzuuroplossing van bekende sterkte op indicatoroplossing (3.3).
- 3.3 Indicatoroplossing.
Los ca. 0,1 g methyleenblauw en ca. 0,2 g methylrood op in 100 ml ethanol 96 % (V/V).
- 3.4 Absorptiemengsel.
Verdun 8 ml waterstofperoxide-oplossing 30 % (V/V) met water tot 250 ml en voeg 0,5 ml indicatoroplossing (3.3) toe.
- 3.5 Droogmiddel.
Bijv. silicagel, calciumchloride.
- 3.6 Moleculaire zeef 5 A.
Activeer de moleculaire zeef in de kolom bij een temperatuur van 200 tot 300 °C onder doorleiden van inert gas (3.8) of zuurstof (3.7) gedurende ca. 3 h, of spreid het materiaal uit in een platte schaal, zet deze in een oven bij een temperatuur van 200 tot 300 °C en laat gedurende ca. 12 h daarin staan.
- 3.7 Zuurstof, vrij van zwavelhoudende verbindingen.
Indien de zuurstof niet vrij is van zwavelhoudende verbindingen moet ze worden gereinigd. Leid de zuurstof daartoe door een U-buis, gevuld met moleculaire zeef 5 A (3.6).
- 3.8 Inert gas, bijv. stikstof, vrij van zwavelhoudende verbindingen.
- 3.9 Zwavelzuuroplossing, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ mol/l.
- 3.10 Pakkingkoord, keramisch, gedraaid.



Figuur 1 - Toestel voor de bepaling van het gehalte aan zwavel met behulp van een buisoven

4 Toestellen en glaswerk

Gebruikelijke laboratoriumuitrusting en in het bijzonder de volgende toestellen.

4.1 Toestel voor verbranding.

Het toestel voor de verbranding is in figuur 1 afgebeeld. Figuur 2 geeft een detail van de ingang van de verbrandingsoven. Dit inleidstuk (D), dat op de verbrandingsbuis (F) wordt geschoven, kan worden beschouwd als een T-stuk: de binnenkomende zuurstof verdeelt zich over twee wegen. Een gedeelte wordt de verbrandingsbuis ingezogen door middel van een aan het einde van het systeem geplaatste zuigpomp (bijv. waterstraalpompe) in combinatie met een fijnregelventiel (N) en een gasdebietmeter (M); de rest van de zuurstof verlaat bij E weer de verbrandingsbuis. Door de bij E uittredende hoeveelheid zuurstof voldoende groot te kiezen, wordt voorkomen dat lucht de buis binnenkomt. Door het inleidstuk (D) kan het verbrandingsschuitje (4.3) op een eenvoudige wijze in en uit de oven worden geschoven. De keramische verbrandingsbuis (F) heeft een binnenmiddellijn van ca. 19 mm en een lengte van ca. 70 cm. De oven (G) moet geschikt zijn voor het gedurende lange tijd onderhouden van een temperatuur van 1450 - 1500 °C, terwijl de capaciteit groot genoeg moet zijn om in korte tijd (minder dan 1 min) na het inbrengen van een verbrandingsschuitje met deksel (4.3) en monster de temperatuur in de verbrandingsbuis weer op 1450 °C te brengen. Gebruik voor deze temperatuurmeting een thermokoppel geplaatst in de ovenbuis bij het verbrandingsschuitje. De buis moet over een lengte van ca. 25 cm de temperatuur van 1450 °C bedragen. Het kogelslijpstuk (H) van de verbrandingsbuis moet zo kort mogelijk zijn en moet gasdicht via pakkingkoord (3.10) worden aangesloten aan het detectiegedeelte. De verbinding moet thermisch worden geïsoleerd.

4.2 Toestel voor detectie.

Het toestel voor de detectie is eveneens afgebeeld in figuur 1. Figuur 3 geeft de details van het titratievat (J). Het is van belang dat de gaatjes in het inleidbuisje niet groter zijn dan 0,2 mm. Indien daaraan niet is voldaan bestaat de kans dat de absorptievloeistof in het inleidbuisje komt en daar een deel van de zwaveldioxide absorbeert. Dit wordt dan onttrokken aan de bepaling. Om dezelfde reden dient ook, bij een tijdelijke stilstand in de gasstroom, de kraan 1 in het inleidbuisje te worden gesloten. De punt van het buisje, waardoor de natriumtetraboraatoplossing in het titratievat wordt gebracht, is onder een hoek van ca. 90° gebogen om te voorkomen dat de opstijgende gasbellen in dit buisje dringen. Het verdient aanbeveling voor de titratie een zuigerburet van 5 ml te gebruiken.

Opmerking

Als absorptievat kan ook dat zoals voorgeschreven in ISO 351 worden gebruikt.

4.3 Porseleinen verbrandingsschuitjes met deksel. De uitwendige afmetingen van de ongeglazuurde porseleinen verbrandingsschuitjes zijn ca. 90 mm × 10 mm × 10 mm.

5 Voorbehandeling van het monster

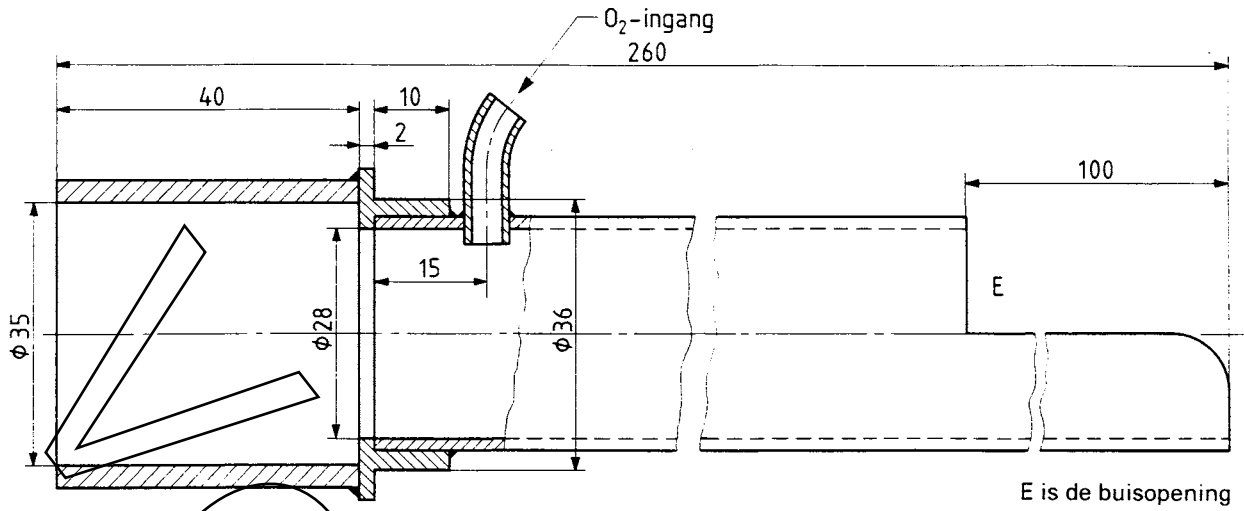
Maal het monster in één fase. Het gemalen monster dient de draadzeef ISO 565-50 µm volledig te passeren. Indien blijkt dat niet alle deeltjes de zeef passeren, mag niet opnieuw worden gemalen, maar moet een nieuw monster in behandeling te worden genomen.

Betekenis van de symbolen in figuur 1:

- A is de inlaat voor de zuivere zuurstof (3.7)
- B is de regelaar voor het debiet van de zuurstofstroom
- C is de gasdebietmeter, geschikt voor meting van 200 - 250 liter zuurstof per uur
- D is het metalen inleidstuk, zie detailtekening, figuur 2
- E is de buisopening
- F is de porseleinen verbrandingsbuis, gasdicht; afmetingen: binnenmiddellijn ca. 19 mm, lengte ca. 70 cm
- G is de weerstandsoven, temperatuur tot ca. 1500 °C
- H is het kogelslijpstuk
- J is het titratievat, zie detailtekening, figuur 3
- K is een slang
- L is het U-buisje, gevuld met droogmiddel (3.5)
- M is de gasdebietmeter, geschikt voor meting van 60 liter zuurstof per uur
- N is het fijnregelventiel

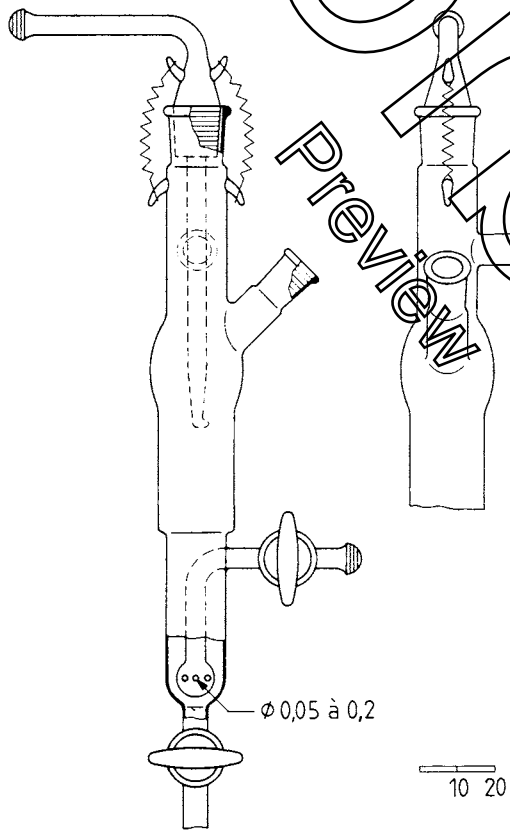
- O is de terugslagkoff
- P is de aansluiting voor een zuigpomp (bijv. waterstraalpompe)
- Q is het voorraadvat voor absorptiemengsel (3.4)
- R is de zuigerburet, inhoud 5 ml, met J en S verbonden door glas-op-glas-verbindingen en een slang (K)
- S is de voorraadfles voor natriumtetraboraatoplossing (3.2)
- T is het buisje gevuld met moleculaire zeef 5 A (3.6)
- U is het bekersglas
- V is het verrijdbaar plateau
- 1 is de kraan voor noodgevallen, om te voorkomen dat absorptie mengsel in inleidbuis terecht komt
- 2 is de kraan voor aftappen van verbruikt absorptie-mengsel
- 3 is de kraan voor toevoegen van vers absorptie-mengsel
- 4 is de driewegkraan

Maten in mm



Figuur 2 - Inleidstuk

Maten in mm



Figuur 3 - Titratievat

Bestelformulier

Stuur naar:

NEN Standards Products & Services
t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214
2600 WB Delft



NEN Standards Products & Services

Postbus 5059
2600 GB Delft

Vlinderweg 6
2623 AX Delft

T (015) 2 690 390
F (015) 2 690 271

www.nen.nl/normshop

Ja, ik bestel

__ ex. NEN 2481:1989 nl Verbrandingsprodukten van vaste brandstoffen -
Bepaling van het gehalte aan zwavel in poederkoolas na verbranding in een
buisoven - Titrimetrische methode € 24.56

**Wilt u deze norm in PDF-formaat? Deze bestelt u eenvoudig via
www.nen.nl/normshop**

Gratis e-mailnieuwsbrieven

Wilt u op de hoogte blijven van de laatste ontwikkelingen op het gebied van normen,
normalisatie en regelgeving? Neem dan een gratis abonnement op een van onze
e-mailnieuwsbrieven. www.nen.nl/nieuwsbrieven

Gegevens

Bedrijf / Instelling _____

T.a.v. _____ O M O V

E-mail _____

Klantnummer NEN _____

Uw ordernummer _____ BTW nummer _____

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Telefoon _____ Fax _____

Factuuradres (indien dit afwijkt van bovenstaand adres)

Postbus / Adres _____

Postcode _____ Plaats _____

Datum _____ Handtekening _____

Retourneren

Fax: 015 2 690 271

E-mail: klantenservice@nen.nl

Post: NEN Standards Products
& Services,

t.a.v. afdeling Klantenservice
Antwoordnummer 10214,
2600 WB Delft

(geen postzegel nodig).

Voorwaarden

- De prijzen zijn geldig tot 31 december 2018, tenzij anders aangegeven.
- Alle prijzen zijn excl. btw, verzend- en handelingskosten en onder voorbehoud bij o.m. ISO- en IEC-normen.
- Bestelt u via de normshop een pdf, dan betaalt u geen handeling en verzendkosten.
- Meer informatie: telefoon 015 2 690 391, dagelijks van 8.30 tot 17.00 uur.
- Wijzigingen en typfouten in teksten en prijsinformatie voorbehouden.
- U kunt onze algemene voorwaarden terugvinden op: www.nen.nl/leveringsvoorwaarden.