



GAZY TECHNICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Gazy szlachetne Oznaczanie zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla	6017-07
		Grupa katalogowa X-11 101

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla w gazach szlachetnych.

1.2. Zakres stosowania. Normę należy stosować do oznaczania zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla w granicach $0,0005 \div 0,005\%$ objętościowych.

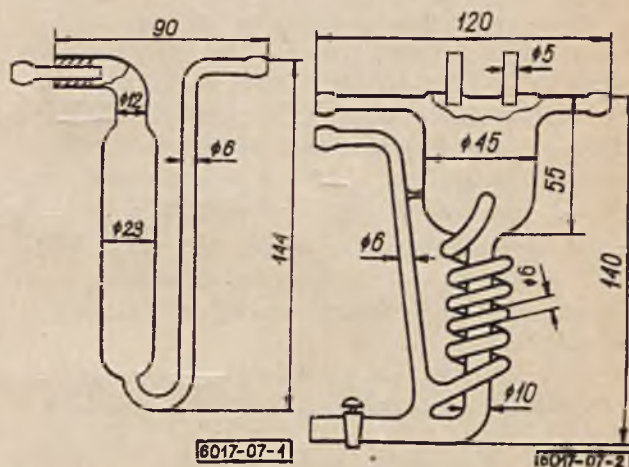
2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Węglowodory i dwutlenek węgla adsorbują się na żelu krzemionkowym osiętym mieszaniną stałego dwutlenku węgla i acetonu, następnie desorbują przez ogrzanie żelu i przeprowadzą przez płuczkę zawierającą roztwór wodorotlenku barowego w celu zaabsorbowania dwutlenku węgla, który oznacza się odmiareczkowując nadmiar wodorotlenku kwasem solnym. Węglowodory przepuszczają się przez ogrzany tlenek miedziowy w celu ich utlenienia do dwutlenku węgla, który oznacza się w płuczce z mianowanym roztworem wodorotlenku barowego.

2.2. Aparatura. Do oznaczania zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla w gazach szlachetnych należy stosować zestaw wg rys. 3 składający się z:

- wyrównywacza ciśnienia 2,
- adsorbera 3 umieszczonego w naczyniu Dewara; wymiary adsorbera wg rys. 1,

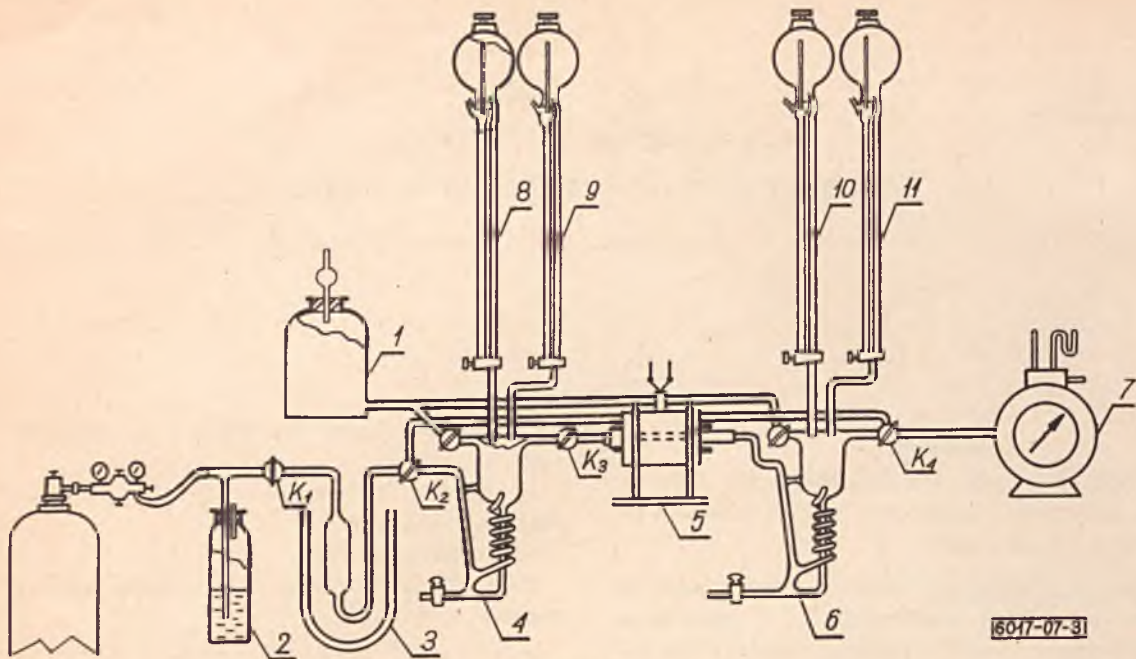
- dwa spiralnych płuczek 4 i 6; wymiary płuczek wg rys. 2,
- pieca silitowego rurowego 5, typu PSP-0 z szafą sterowniczą,
- licznika gazu 7,
- czterech biuret 8 \div 11 z automatycznym nastawieniem zera,
- butli szklanej 1 z wodą destylowaną do płukania spiralnych płuczek.



Rys. 1

Rys. 2

PPH „Gazy Techniczne”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Budowy i Remontów Urządzeń Chemicznych dnia 1 marca 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 października 1969 r.
(Mon. Pol. nr 20/1969 poz. 172)



Rys. 3

2.3. Odczynniki i roztwory

- Tlenek miedziowy cz. granulowany.
- Żel krzemionkowy cz. suszony w temperaturze 120°C w ciągu 2 godz. *h*
- Wodorotlenek barowy cz. d.a., roztwór $0,01\text{n}$:
 $0,8569\text{ g}$ wodorotlenku barowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm^3 w wolnym od dwutlenku węgla 1% roztworze chlorku barowego, dodać $1\text{ cm}^3\text{ ml}$ $0,1\%$ alkoholowego roztworu fenoloftaleiny i dopełnić roztworem chlorku barowego do kreski. Roztwór wodorotlenku barowego chronić od światła i dwutlenku węgla.
- Kwas solny cz. d.a., roztwór $0,01\text{n}$. $0,01\text{ mol/l}$
- Fenoloftaleina cz. d.a., roztwór alkoholowy $0,1\%$ -procentowy. $0,1\%$ (m/m)
- Stały dwutlenek węgla techniczny.
- Aceton bezwodny techniczny.

2.4. Przygotowanie aparatu do oznaczenia. Poszczególne elementy aparatury należy zestawić wg rys. 3. Szlify kurków szklanych K_1, K_3, K_4 należy uszczelnić olejem silikonowym o dużej gęstości. Szlif kurka szklanego K_2 należy uszczelnić grafitem. Wyrównywacz ciśnienia 2 napełnić rtęcią do połowy pojemności. Adsorber 3 napełnić żelazem krzemionkowym wysuszonym w temperaturze 120°C . Rurę porcelanową pieca elektrycznego 5 napełnić granulowanym tlenkiem miedziowym na długości strefy ogrzewanej. Rurę zatkać z obydwu stron siatką miedzianą, zamknąć korkami gumowymi z osadzonymi rurkami szklanymi. Obie płuczkę spiralne przepłukać dwukrotnie wodą destylowaną. Biurety 8 i 10 napełnić $0,01\text{n}$ roztworem wodorotlenku barowego, a 9 i 11 - $0,04\text{n}$ roztworem kwasu solnego. Przed przystąpieniem do oznaczenia przepłukać aparaturę w ciągu $2 \div 3$ min badanym gazem.

2.5. Wykonanie oznaczenia. Płuczkę spiralne 4 i 6 przy pomocy biuret 8 i 10 napełnić $0,01\text{n}$ roztwo-

rem wodorotlenku barowego w ilości po 15 cm^3 , włączyć piec elektryczny 5 i doprowadzić temperaturę do $850 \pm 20^{\circ}\text{C}$, kurki K_2 i K_4 przekręcić w położenie umożliwiające przepływ gazu boczną rurką bezpośrednio do licznika gazu. Naczynie Dewara, w którym umieszczony jest adsorber, napełnić stałym dwutlenkiem węgla i acetonem. Zanotować stan licznika gazu. Otworzyć powoli zawór butli, po czym powoli dokręcić śrubę stawidłową reduktora aż do uzyskania przepływu gazu w ilości $1\text{ dm}^3/\text{min}$. Przez adsorber należy przepuścić, w zależności od spodziewanej ilości węglowodorów, od $10 \div 20\text{ dm}^3$ badanego gazu. Zamknąć zawór butli i zwolnić śrubę stawidłową reduktora. Następnie zamknąć kurek K_1 , a kurki K_2, K_3 i K_4 ustawić w położeniu umożliwiającym przepływ gazu przez spiralne płuczkę i piec elektryczny. Odstawić naczynie Dewara z mieszaniną oziębiającą. Po zniknięciu szronu z powierzchni adsorbera, adsorber zanurzyć w wodzie o temperaturze 80°C . Następnie przepłukać go $300\text{ cm}^3\text{ ml}$ badanego gazu przepuszczanego z prędkością $50\text{ cm}^3/\text{min}$. Zanotować stan licznika gazu, po czym śrubą stawidłową wyregulować reduktor tak, aby przez płuczkę 6 przechodził gaz z szybkością 2 baniek na 1 s. Roztwory w płuczkach 4 i 6 miareczkować $0,04\text{n}$ roztworem kwasu solnego, aż do zaniku barwy fenoloftaleiny.

2.6. Obliczanie wyników

2.6.1. Zawartość węglowodorów (X_1) w przeliczeniu na metan obliczać w procentach objętościowych wg wzoru

$$X_1 = \frac{(a-b) \cdot 0,112 \cdot 100}{V_0}$$

w którym:

a - objętość wodorotlenku barowego $0,01\text{n}$ roztworu $\text{Ba}(\text{OH})_2$ w płuczkach $0,01\text{ n}$, $0,01\text{ mol/l}$

b - objętość $0,04\text{n}$ roztworu kwasu solnego w płuczkach 4 i 6, $0,04\text{ mol/l}$

Kwas solny, 0,112 mol/l

b - objętość 0,01n roztworu HCl zużytego do odmiareczkowania nadmiaru wodorotlenku barowego w płuczce 6, *cm³, ml*

0,112 - ilość węglowodorów w przeliczeniu na metan odpowiadająca *1 cm³ 0,01n Ba(OH)₂, cm³, roztworu 0,1 Ba(OH)₂ = 0,005 ml/l, ml*

V₀ - objętość badanego gazu w *cm³* sprowadzona do 0°C i 760 mmHg wg wzoru *101,3 kPa*

$$V_0 = (V_2 - V_1) \cdot E$$

w którym:

- V₁ - stan licznika gazu przed pomiarem,
- V₂ - stan licznika gazu po pomiarze,
- E - współczynnik sprowadzający gaz do temperatury 0°C i ciśnienia 760 mmHg, podany w tabelicy. Przy parametrach pośrednich, nie podanych w tabelicy, współczynnik E należy obliczyć przez interpolację.

2.6.2. Zawartość dwutlenku węgla (X₂) obliczać w procentach objętościowych wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a-b) \cdot 0,112 \cdot 100}{V_0}$$

w którym:

- a - objętość 0,01n roztworu wodorotlenku barowego w płuczce 4, *cm³, ml*
- b - objętość 0,01n roztworu kwasu solnego zużytego do odmiareczkowania nadmiaru wodorotlenku barowego w płuczce 4, *cm³, ml*

0,112 - ilość dwutlenku węgla odpowiadająca 1 cm³ 0,01n roztworu wodorotlenku barowego, *cm³, 0,1 Ba(OH)₂ = 0,005 ml/l, ml*

V₀ - objętość badanego gazu w *cm³* sprowadzona do temperatury 0°C i ciśnienia 760 mmHg obliczona wg 2.6.1.

Temperatura badanego gazu, °C	Ciśnienie barometryczne w mmHg <i>kPa</i>							
	700	710	720	730	740	750	760	770
10	0,889	0,901	0,914	0,927	0,939	0,952	0,965	0,977
12	0,882	0,895	0,908	0,920	0,933	0,945	0,958	0,971
14	0,876	0,889	0,901	0,914	0,926	0,939	0,951	0,964
16	0,870	0,883	0,895	0,907	0,920	0,932	0,945	0,957
18	0,864	0,876	0,888	0,901	0,914	0,926	0,938	0,951
20	0,858	0,870	0,883	0,895	0,907	0,920	0,932	0,944
22	0,852	0,865	0,877	0,889	0,901	0,913	0,925	0,938
24	0,847	0,859	0,871	0,883	0,895	0,907	0,919	0,933
26	0,841	0,853	0,865	0,877	0,889	0,901	0,913	0,925
28	0,835	0,847	0,859	0,871	0,883	0,895	0,907	0,919
30	0,830	0,842	0,854	0,865	0,877	0,889	0,901	0,913
32	0,824	0,836	0,848	0,860	0,872	0,883	0,895	0,907
34	0,819	0,831	0,842	0,854	0,866	0,878	0,889	0,901
36	0,816	0,828	0,840	0,851	0,863	0,875	0,886	0,898

2.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

K O N I E C

Brut. 2-3/85

BG PW

BN. 004982



40000000343337