

GAZY TECHNICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Gazy szlachetne Oznaczanie śladowych ilości azotu	6017-05
		Grupa katalogowa X 11

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie śladowych ilości azotu w gazach szlachetnych metodą chromatografii gazowej.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się do oznaczania zawartości azotu w granicach 0,009 ÷ 0,1% objętościowych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na rozdzieleniu poszczególnych składników badanego gazu między fazę nieruchomą (wypełnienie kolumny chromatograficznej) a przepływającą przez kolumnę fazę ruchomą (gaz nośny) i obliczeniu zawartości azotu w oparciu o uzyskany chromatogram.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy dowolnego typu pozwalający na dokonanie oznaczeń w zakresie podanym w 1.2, wyposażony w urządzenie do wprowadzania próbki i dozowania gazu nośnego, w detektor oraz urządzenie rejestrujące wskazania detektora.

b) Rurka miedziana o średnicy wewnętrznej 10 ÷ 15 mm, długości 0,5 m, zwinięta w spiralę i wypełniona sitami molekularnymi 5A o granulacji 1 do 2 mm.

2.3. Materiały pomocnicze

- a) Wodór sprężony techniczny,
 b) Mieszanka argonowo-azotowa sprężona, o zawartości około 8% azotu.
 c) Sita molekularne 5A, zalecana granulacja 1 do 2 mm.

2.4. Przygotowanie chromatografu. Kolumnę chromatograficzną wypełnia się sitami molekularnymi 5A granulacja 1 do 2 mm, postępując w sposób określony instrukcją obsługi właściwą dla danego typu chromatografu. Zaleca się stosować kolumnę chro-

matograficzną o długości całkowitej 12 m i średnicy wewnętrznej 10 mm.

2.5. Cechowanie chromatografu wykonuje się przez sporządzenie chromatogramu próbki gazu szlachetnego zawierającego znaną ilość azotu, zawartą w granicach 0,009 ÷ 0,1% obj. Próbkę wzorcową można np. przygotować z mieszanki argonowo-azotowej zawierającej około 8% azotu, oznaczonego ilościowo metodą interferometryczną, przez jej rozcieńczenie w stosunku 1 : 10 lub 1 : 100 argonem zawierającym azot w ilości niewykrywalnej metodą chromatograficzną.

2.6. Oczyszczanie gazu nośnego. Gaz nośny - wodór przed wprowadzeniem do chromatografu przepuścić przez kolumnę wg 2.2.b) z szybkością 6 dm³/h.

2.7. Wykonanie oznaczania. Uruchomić chromatograf w sposób określony instrukcją obsługi. Przy pomocy dozownika wprowadzić do obiegu gazu nośnego próbkę gazu badanego w ilości 25 cm³. Po ukończeniu oznaczania odciąć wykreślony chromatogram. Zmierzyć wysokość pików azotowego z dokładnością do 1 mm.

2.8. Obliczanie wyników. Zawartość azotu (X) w badanym gazie obliczyć w % obj. wg wzoru

$$X = \frac{H_x \cdot N}{H}$$

w którym:

- H_x - wysokość pików azotowego na chromatogramie gazu badanego, mm
 H - wysokość pików azotowego na chromatogramie gazu wzorcowego, mm
 N - zawartość azotu w gazie wzorcowym, % obj.

2.9. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

K O N I E C

Branżowy Ośrodek Normalizacyjny 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)