

OCHRONA DRÓG ODDECHOWYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-82
	Sprzęt ochrony dróg oddechowych Oznaczanie czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec tlenku azotu	9542-07
		Grupa katalogowa 1409

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie czasu ochronnego działania wobec tlenków azotu elementów sorpcyjnych, w postaci pochłaniaczy, filtropochłaniaczy, wkładów pochłaniających i filtropochłaniających wchodzących w skład sprzętu ochrony dróg oddechowych stosowanego w skażonym środowisku powietrznym.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy badaniach odbiorczych elementów sorpcyjnych przeznaczonych do ochrony dróg oddechowych przed tlenkami azotu lub w badaniach typu dla innych elementów sorpcyjnych.

1.3. Określenia — wg BN-79/9542-02 p. 1.3.1 i 1.3.2.

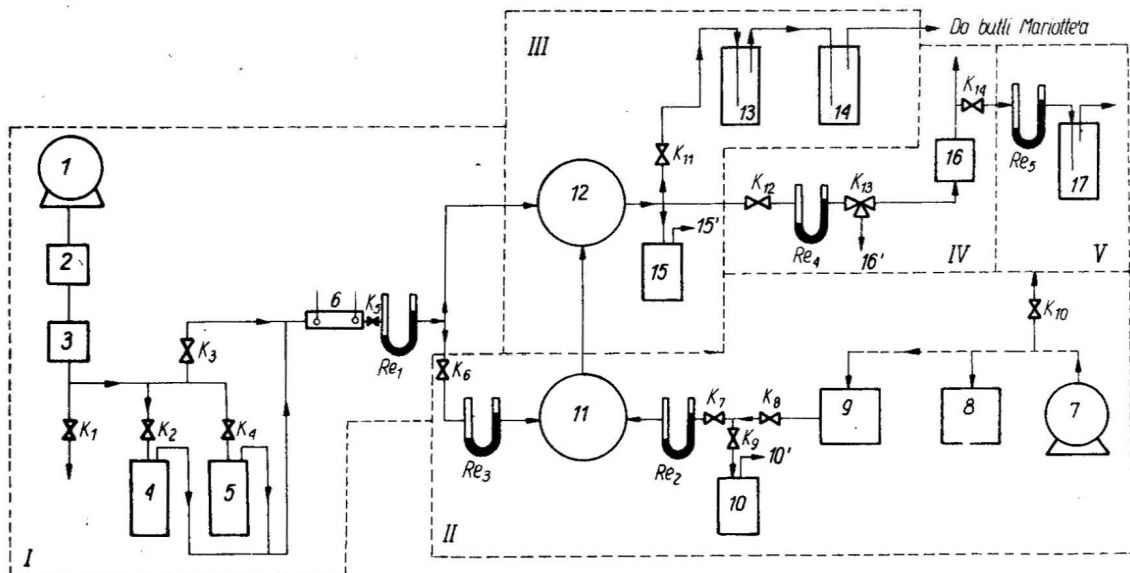
2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody polega na przepuszczaniu przez element sorpcyjny mieszaniny powietrza i tlenków azotu (mieszaniny powietrznogazowej) o ustalonym stężeniu do czasu zmiany, określonej normą, barwy odpowiedniego wskaźnika w płuczce umieszczonej za elementem pochłaniającym.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Aparat przedstawiony schematycznie na rysunku, w skład którego wchodzi:

— zespół doprowadzający powietrze (I), obejmujący sprężarkę powietrzną lub inne źródło powietrza (1), o wydajności co najmniej 35 dm³/min, dwie płuczki, z których jedna zawiera watę szklaną (2), a druga



BN-82/9542-07

Schemat aparatu do badań czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec tlenków azotu

Zgłoszona przez Główny Instytut Górnictwa (O)
Ustanowiona przez Ministra Górnictwa i Energetyki dnia 2 grudnia 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1983 poz. 4)

węgiel aktywny formowany (3), regulator wilgotności składający się z dwóch płuczek (4) i (5) wypełnionych wodą destylowaną (4) oraz silikażelem nasyconym chlorkiem wapnia (5), psychrometr (6) oraz reometr (Re_1) wskazujący wielkość strumienia objętości powietrza co najmniej do 35 dm³/min;

— zespół wytwarzająco-dozujący tlenki azotu (II), obejmujący pompę tłoczącą (7), o wysokości podnoszenia co najmniej 6,66 kPa, ciśnieniomierz U — rurkowy (8), pozwalający mierzyć ciśnienie do 5,88 kPa, aparat Kippa (9) pojemności do 2 dm³, manostat (10) zabezpieczający aparat Kippa przed nieprzewidzianym wzrostem ciśnienia, reometr (Re_2) o zakresie pomiarowym do 0,5 dm³/min, mieszalnik (11) oraz reometr (Re_3) o zakresie pomiarowym od 0 do 10 dm³/min;

— zespół mieszający powietrze z mieszaniną powietrznogazową (III), obejmujący mieszalnik (12), dwie płuczki typu Drechsla (13) i (14) z roztworem jodku potasu wg 2.6.2a) oraz manostat (15), utrzymujący w aparacie stałe ciśnienie i odprowadzający nadmiar mieszaniny powietrznogazowej do wyciągu (15');

— zespół reakcyjny (IV), obejmujący reometr (Re_4), o zakresie pomiarowym od 15 do 35 dm³/min oraz, zależnie od przeznaczenia, pojemnik metalowy (16) do umocowania wkładu pochłaniającego lub filtropochłaniającego lub zacisk (16') do umocowania pochłaniacza lub filtropochłaniacza;

— zespół do wykrywania momentu przebicia tlenków azotu (V), obejmujący płuczkę typu Drechsla (17) oraz reometr (Re_5), o zakresie pomiarowym od 15 do 35 dm³/min.

b) Czasomierz np. sekundomierz.

c) Butla Mariotte'a pojemności 5 dm³.

d) Rotametr o zakresie pomiarowym od 500 do 3000 dm³/h.

e) Gazomierz o zakresie pomiarowym od 500 do 3000 dm³/h.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Skrobia stabilizowana: 1,5 g skrobi rozpuścić w 20 cm³ zimnej wody destylowanej i wlać do 300 cm³ wrzącej wody destylowanej, gotować przez 1 ÷ 2 min. Po ostygnięciu dodać 0,45 g jodku potasowego oraz 4 cm³ jodku potasowo-rtęciowego przygotowanego z 2,5 g jodku rtęciowego cz.d.a. oraz 2,5 g jodku potasowego cz.d.a., rozpuszczonego w 100 cm³ wody destylowanej.

b) Jodek potasowy (KJ) cz.d.a. i skrobia stabilizowana, roztwór wskaźnikowy: 2 cm³ roztworu skrobi wg poz. a) zmieszać z 8 cm³ 0,1N roztworu jodku potasowego. Otrzymaną mieszaninę roztworów uzupełnić do 40 cm³ wodą destylowaną.

Czułość wskaźnika wynosi około 0,001 mg tlenków azotu w płuczce zawierającej 20 cm³ roztworu wskaźnikowego.

Roztwór jodku potasowego 0,1N należy przygotować rozpuszczając 16,69 g jodku potasowego w 1 dm³ wody destylowanej.

c) Chlorek wapnia (CaCl₂) cz.d.a.

d) Kwas azotowy (HNO₃) (1,2) cz.d.a.

e) Nafta cz.

f) Miedź cz. w postaci np. granulek.

g) Silikażel granulowany.

h) Sudan 2, wskaźnik barwy.

i) Węgiel aktywny formowany wg PN-79/C-97554.

2.4. Skalowanie reometrów polega na pomiarze różnicy wysokości słupka cieczy reometrycznej w zależności od strumienia objętości powietrza przepływającego przez kapilarę.

Reometr (Re_2) należy cechować przy użyciu butli Mariotte'a. Skalowanie pozostałych reometrów należy wykonać za pomocą zalegalizowanego rotametu lub gazomierza o dokładności wskazań $\pm 0,015$ dm³/min.

W czasie skalowania należy zachować następujące warunki:

a) skalowanie reometrów powinno odbywać się na zestawionym aparacie wg 2.2.a), przy czym rotametr albo gazomierz powinien być podłączony na wylocie aparatu, za elementem sorpcyjnym.

b) temperatura przepływającego przez kapilarę reometru powietrza i temperatura otoczenia powinny być jednakowe i wynosić 20 ± 2 °C,

c) pomiary ilości przepływającego powietrza należy przeprowadzać co najmniej dwukrotnie dla każdego punktu pomiaru, których powinno być co najmniej 5,

d) wyniki skalowania należy przedstawić graficznie na papierze milimetrycznym, umieszczając na osi rzędnych ilości przepływającego powietrza w dm³/min, a na osi odciętych różnicę poziomów słupka cieczy reometrycznej w mm,

e) jako ciecz reometryczną należy stosować naftę czystą zabarwioną sudanem 2,

f) różnica poziomów cieczy reometrycznej, przy strumieniu objętości powietrza właściwym dla danego elementu sorpcyjnego, powinna wynosić nie mniej niż 80 mm i nie więcej niż 220 mm.

Jeżeli pomiary wykazują inne wychylenie, należy zmienić kapilarę.

Po osiągnięciu powtarzających się wyników należy sporządzić metrykę aparatu zawierającą różnicę poziomów słupków cieczy:

— w reometrze (Re_1) właściwą dla osiągnięcia strumienia objętości mieszaniny powietrza i tlenków azotu (zgodnie z wykresem),

— w reometrze (Re_2) właściwą dla osiągnięcia stężenia tlenków azotu w mieszaninie w granicach $9,6 \pm 1$ mg/dm³ lub $1,9 \pm 0,1$ mg/dm³ określone doświadczalnie.

Do metryki należy dołączyć wykresy skalowania reometrów.

Skalowanie reometrów należy przeprowadzać co najmniej raz w miesiącu, nanosząc odpowiednie poprawki na wykresach i w metryce.

2.5. Przygotowanie aparatury. Zestawić aparaturę wg rysunku, składającą się z pięciu podstawowych zespołów, połączonych ze sobą za pomocą węży odpornych na działanie tlenków azotu. Przygotować do pracy

aparat Kippa (9) przez wypełnienie go miedzią wg 2.3f) oraz kwasem azotowym wg 2.3d).

Uruchomić źródło powietrza (1) i przez regulację zaciskiem lub kurkiem (K_1) ustalić reometrem (Re_1) odpowiednią, 15 lub 30 dm³/min, ilość powietrza przepływającego przez aparat. Po 5 min odczytać różnicę temperatur powietrza na psychometrze (6) i na tej podstawie podać z tablic wilgotność względną powietrza wewnątrz aparatu. Pokręcając odpowiednio kurkami (K_2), (K_3) i (K_4) ustalić poziom wilgotności odpowiadający warunkom oznaczania. Następnie ustawić kurki (K_{12}) i (K_{13}) tak, aby cała ilość powietrza mogła wypłynąć do wyciągu (15') przez zabezpieczenie np. pochłaniacz tlenków azotu. Uruchomić aparat Kippa (9) przez otwarcie kurków (K_8) i (K_9) i włączyć pompę tłoczącą (7). Po zapoczątkowaniu reakcji w aparacie Kippa kurkiem (K_7), ustalić odpowiedni strumień objętości tlenków azotu na reometrze (Re_2).

W celu zapewnienia stabilności strumienia objętości tlenków azotu kurkiem (K_{10}) wytworzyć odpowiednie naciśnienie w górnej części aparatu Kippa, kontrolowane za pomocą ciśnieniomierza (8).

2.6. Oznaczanie stężenia tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej

2.6.1. Zasada metody polega na absorpcji w roztworze jodku potasu tlenków azotu, wytworzeniu się w wyniku reakcji jodu, miareczkowaniu roztworem tiosiarczanu sodu w obecności roztworu skrobi jako wskaźnika, do odbarwienia się roztworu.

2.6.2. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasu (KJ) cz.d.a., roztwór 4-procentowy.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór około 0,5-procentowy.
- Tiosiarczan sodu ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) cz.d.a., roztwór 0,05N.

2.6.3. Wykonanie oznaczania. Do dwóch płuczek typu Drechsla (13) i (14) wg rysunku, nalać po 25 cm³ roztworu jodku potasu wg 2.6.2 a). Napełnione płuczki połączyć ze sobą szeregowo i przyłączyć z jednej strony do aparatu przygotowanego wg 2.5, a z drugiej strony do butli Mariotte'a wg 2.2 c). Otworzyć kurek (K_{11}) i pobrać 1 dm³ mieszaniny powietrznogazowej z szybkością 100 cm³/min. Zamknąć kurek (K_{11}), odłączyć płuczki (13) i (14) od aparatu. Zawartość płuczek przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 30 cm³, dodać około 0,5 cm³ roztworu skrobi wg 2.6.2 b) i miareczkować 0,05N roztworem tiosiarczanu sodu wg 2.6.2 c) do chwili odbarwienia się roztworu.

2.6.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Stężenie tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej (C) obliczyć w mg/dm³ wg wzoru

$$C = \frac{1,15 \cdot a}{V} \quad (1)$$

w którym:

- 1,15 — masa dwutlenku azotu w mg odpowiadająca 1 cm³ 0,05N roztworu tiosiarczanu sodu,

a — objętość ściśle 0,05N roztworu tiosiarczanu sodu zużytego do miareczkowania roztworu w oznaczaniu stężenia tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej, cm³,

V — objętość mieszaniny powietrznogazowej pobranej do analizy, dm³.

2.6.5. Oznaczanie stężenia tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej innymi metodami dopuszcza się tylko w przypadkach uzyskiwania tych samych lub wyższych dokładności pomiaru.

2.7. Warunki oznaczania czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec tlenków azotu są następujące:

a) strumień objętości mieszaniny powietrznogazowej przepływającej przez pochłaniacz i filtropochłaniacz 30 ± 0,3 dm³/min, a przez wkład pochłaniający i filtropochłaniający 15 ± 0,15 dm³/min,

b) stężenie tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej przepuszczanej przez pochłaniacz i filtropochłaniacz 9,6 ± 1 mg/dm³, a przez wkłady pochłaniające i filtropochłaniające 1,9 ± 0,1 mg/dm³, w przeliczeniu na dwutlenek azotu,

c) wilgotność względną mieszaniny powietrznogazowej 50 ± 2 %,

d) temperatura otoczenia 20 ± 2 °C,

e) temperatura mieszaniny powietrznogazowej wskazywana przez suchy termometr psychometru 20 ± 2 °C.

2.8. Wykonanie oznaczania czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec tlenków azotu. Oznaczyć stężenia tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej wg 2.6, stosując aparaturę przygotowaną wg 2.5.

Oznaczanie stężenia tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej należy przeprowadzać przed pomiarem, przynajmniej raz w trakcie pomiaru i po pomiarze czasu ochronnego działania.

Po uzyskaniu wymaganego wg 2.7 a) strumienia objętości mieszaniny powietrznogazowej oraz wg 2.7 b) stężenia tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej ustawić kurek (K_{13}) w takim położeniu, aby mieszanina powietrznogazowa dostawała się do pojemnika metalowego (16) lub zacisku (16'), w których umieszczone są elementy sorpcyjne. Kurkiem (K_{14}) wyregulować strumień objętości mieszaniny powietrznogazowej do wartości 1,5 ± 0,1 dm³/min, przechodzącej przez płuczkę Drechsla. Do płuczki (17) nalać 20 cm³ roztworu wskaźnikowego wg 2.3 b). Po zabarwieniu się roztworu wskaźnikowego w płuczkach na granatowo zamknąć kurek (K_8) i jednocześnie wyłączyć pompę (7). Następnie za pomocą kurka (K_{13}) wyłączyć pojemnik (16) lub zacisk (16') ze strumienia mieszaniny powietrznogazowej. Po zakończeniu oznaczania czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych otworzyć kurek (K_1) i wyłączyć źródło powietrza (1), a następnie zamknąć kurek (K_9) i (K_7).

Czas mierzony w minutach od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrznogazowej przez element sorpcyjny do momentu przebiccia elementu sorpcyjnego równoznacznego z wystąpieniem granatowego zabarwienia roztworu wskaźnikowego w płuczce

Drechsła (17) jest oznaczanym czasem ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec tlenków azotu.

2.9. Obliczanie wyniku oznaczania. Uzyskany podczas oznaczania czas ochronnego działania elementu sorpcyjnego należy przeliczać na czas (θ), który uzyskałoby się przy wymaganym stężeniu tlenków azotu wg wzoru

$$\theta = \frac{\theta_1 \cdot C_s}{C_0} \quad (2)$$

w którym:

θ_1 — czas ochronnego działania elementu sorpcyjnego otrzymany z oznaczania, min,

C_s — średnie arytmetyczne stężenie tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej uzyskane ze stężenia tlenków azotu oznaczonego przed, w trakcie i po oznaczaniu czasu ochronnego działania elementu sorpcyjnego, mg/dm³,

C_0 — stężenie tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej wymagane, mg/dm³.

2.10. Wynik oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania czasu ochronnego działania jednego elementu sorpcyjnego należy przyjąć wynik jednego oznaczania czasu ochronnego działania elementu sorpcyjnego wobec tlenków azotu w mieszaninie powietrznogazowej, obliczony wg wzoru 2.

Wynik oznaczania należy podać z dokładnością do 1 min.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Główny Instytut Górnictwa, Katowice.

2. Normy związane

PN-74/C-97554 Węgiel aktywny formowany

BN-79/9542-02 Sprzęt ochronny dróg oddechowych. Oznaczanie czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec cyjanowodoru i chlorocyjanu

3. Autorzy projektu normy — mgr inż. Teresa Bryning, inż. Ryszard Lach, mgr inż. Maria Pańkowska i dr Marta Rozmarynowicz — Główny Instytut Górnictwa.