

OCHRONA DRÓG ODDECHOWYCH	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-84
	Sprzęt ochrony dróg oddechowych Oznaczanie czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec czterochlorku węgla	9542-12
		Grupa katalogowa 1409

## 1. WSTĘP

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

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować przy badaniach odbiorczych lub badaniach typu elementów sorpcyjnych przeznaczonych do ochrony dróg oddechowych przed czterochlorkiem węgla lub parami innych związków organicznych, dla których czterochlorek węgla jest substancją testową.

**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 czterochlorku węgla (mieszaniny powietrzno-paraowej) o założonym stężeniu do czasu określonej normą zmiany barwy roztworu wskaźnikowego w płuczce umieszczonej za elementem sorpcyjnym.

### 2.2. Aparatura i przyrządy

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

— zespół doprowadzający powietrze (*I*), obejmujący sprężarkę powietrza lub inne źródło powietrza (*1*) o wydajności co najmniej 62 dm<sup>3</sup>/min, dwie płuczki, z których jedna zawiera watę szklaną (*2*), a druga węgiel aktywny formowany (*3*), regulator wilgotności składający się z dwóch zestawów naczyń — nawilżającego (*4*) wypełnionego wodą destylowaną oraz osuszającego (*5*) wypełnionego np. silikażelem nasyconym

chlorkiem wapnia, psychrometr aspiracyjny (*6*) oraz przepływomierz pływakowy (*Re<sub>1</sub>*) do pomiaru strumienia objętości do 60 dm<sup>3</sup>/min,

— zespół dozujący czterochlorek węgla (*II*), obejmujący odparownik szklany (*7*) np. wg BN-82/9542-09 rys. 3, łaźnię wodną (*8*) lub termostat (*9*), reometr (*Re<sub>2</sub>*) do pomiaru strumienia objętości powietrza zapewniającego otrzymanie stężenia czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-paraowej wg 2.7 o wydajności do 0,2 dm<sup>3</sup>/min,

— zespół mieszający powietrze z mieszaniną powietrzno-paraową (*III*) obejmujący mieszalnik (*10*),

— zespół reakcyjny (*IV*), obejmujący przepływomierze pływakowe (*Re<sub>3</sub>*) i (*Re<sub>4</sub>*) do pomiaru strumienia objętości mieszaniny powietrzno-paraowej o zakresie pomiarowym 1,5 ÷ 17 dm<sup>3</sup>/min, manostat (*11*) utrzymujący w aparacie stałe ciśnienie i odprowadzający nadmiar mieszaniny powietrzno-paraowej do wyciągu (*12*) przez zabezpieczenie np. pochłaniacz czterochlorku węgla oraz zależnie od przeznaczenia dwa pojemniki metalowe (*13*) i (*14*) do umocowania wkładów pochłaniających lub filtropochłaniających albo zaciski do mocowania filtropochłaniaczy lub pochłaniaczy,

— zespół do oznaczania momentu przebicia czterochlorku węgla (*V*), obejmujący rurowy piec oporowy Marscha (*15*) z regulacją temperatury w zakresie 700 ÷ 1000°C, dwa reometry (*Re<sub>5</sub>*) i (*Re<sub>6</sub>*) umożliwiające dawkowanie powietrza opuszczającego badany element sorpcyjny na płuczki oraz dwie płuczki Dreschla (*16*) i (*17*) zawierające roztwór wskaźnikowy;

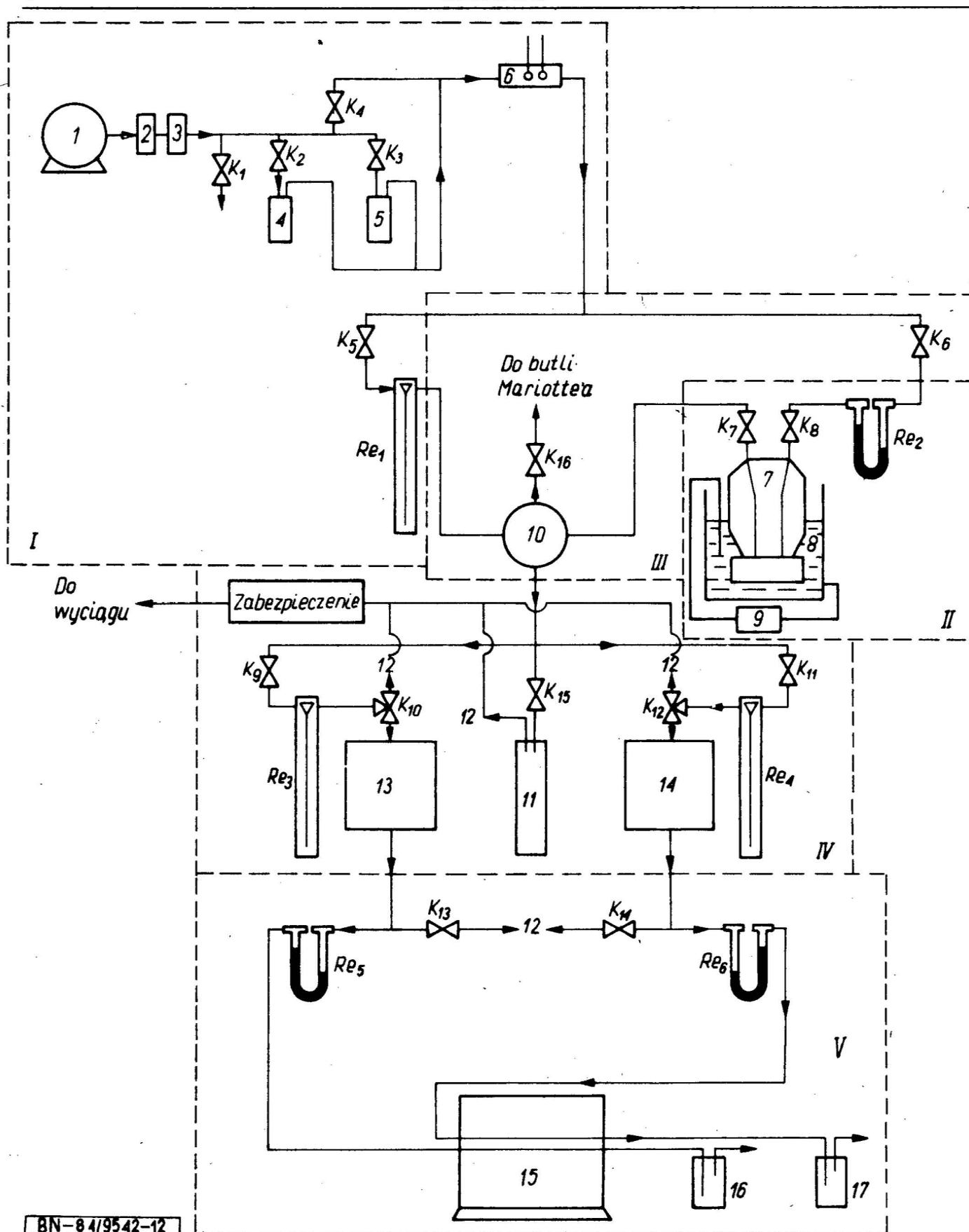
b) Czasomierz np. sekundomierz;

c) Butla Mariotte'a pojemności 5 dm<sup>3</sup>;

d) Rotametry o zakresach pomiarowych 20 ÷ 240 dm<sup>3</sup>/h, 500 ÷ 3000 dm<sup>3</sup>/h, 3000 ÷ 5000 dm<sup>3</sup>/h;

e) Gazomierz mokry o zakresie pomiarowym 500 ÷ 5000 dm<sup>3</sup>/h.

Zgłoszona przez Główny Instytut Górnicztwa (O)  
Ustanowiona przez Ministra Górnicztwa i Energetyki dnia 28 września 1984 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1985 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1984 poz. 31)



BN-84/9542-12

### 2.3. Odczynniki i roztwory

a) Skrobia stabilizowana, roztwór: 1,5 g skrobi rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> zimnej wody destylowanej i wlać do 300 cm<sup>3</sup> wrzącej wody destylowanej, gotować przez 1–2 min. Po ostygnięciu dodać 0,45 g jodku potasowego oraz 4 cm<sup>3</sup> jodku potasowo-ręciowego przygotowanego z 2,5 g jodku ręciowego cz.d.a. oraz 2,5 g jodku potasowego cz.d.a. rozpuszczonego w 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej.

b) Jodek potasowy (KJ) cz.d.a. i skrobia stabilizowana, roztwór wskaźnikowy; 2 cm<sup>3</sup> roztworu skrobi wg poz. a) zmieszać z 8 cm<sup>3</sup> 0,1N roztworu jodku potasowego. Otrzymaną mieszaninę roztworu uzupełnić do 40 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną.

Czułość wskaźnika wynosi około 0,3 mg czterochlorku węgla w płuczce zawierającej 20 cm<sup>3</sup> roztworu wskaźnikowego (oznaczalność indykacji chemicznej dla czterochlorku węgla wynosi 197 mg/m<sup>3</sup>).

Roztwór jodku potasowego 0,1N należy przygotować rozpuszczając 16,69 g jodku potasowego w 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej.

- c) Chlorek wapniowy (CaCl<sub>2</sub>) cz.d.a.
- d) Czerochlorek węgla (CCl<sub>4</sub>) cz.
- e) Kwas siarkowy (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (1,25) cz.d.a.
- f) Oranż metylowy (C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub>SNa) — roztwór wodny 0,1-procentowy — wskaźnik.
- g) Silikażel granulowany.
- h) Węgiel aktywny formowany — wg PN-74/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*<sub>2</sub>) należy cechować przy użyciu butli Mariotte'a. Skalowanie pozostałych reometrów należy wykonać za pomocą zalegalizowanego rotametu lub gazomierza mokrego o dokładności wskazań ±0,015 dm<sup>3</sup>/min.

W czasie skalowania należy zachować następujące warunki:

a) skalowanie reometrów powinno odbywać się na zestawionym aparacie wg 2.2 a), przy czym rotometr 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 milimetrowym, umieszczając na osi rzędnych ilości przepływającego powietrza w dm<sup>3</sup>/min, a na osi odciętych różnicę poziomu słupka cieczy reometrycznej w mm,

e) jako ciecz reometryczną należy stosować kwas siarkowy (1,25) zabarwiony oranżem metylowym wykonanym wg 2.3 f),

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 wychylenia, należy zmienić kapilarę. Po uzyskaniu powtarzających się wyników należy sporządzić metrykę aparatu zawierającą różnicę poziomów słupków cieczy:

— w przepływomierzy pływakowym (*Re*<sub>1</sub>) właściwą dla osiągnięcia strumienia objętości mieszaniny powietrza i czterochloru węgla (zgodnie z wykresem),

— w reometrze (*Re*<sub>2</sub>) właściwą dla osiągnięcia stężenia czterochloru węgla w mieszaninie 32 ±1,5 mg/dm<sup>3</sup>.

Do metryki należy dołączyć wykresy skalowania reometrów.

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

**2.5. Przygotowanie aparatury.** Zestawić aparaturę wg rysunku. Podłączyć odparowalnik (7) napełniony do ¾ objętości czterochlorkiem węgla. Sprawdzić szczelność aparatury np. za pomocą butli Mariotte'a, podłączając je przed jedną z płuczek np. (17) przy jednoczesnym zamknięciu płuczki (16). Po pomiarze szczelności należy odciąć źródło powietrza (1), odłączyć odparowalnik (7) przez zamknięcie kurków (*K*<sub>7</sub>) i (*K*<sub>2</sub>) oraz zamknąć kurki (*K*<sub>1</sub>), (*K*<sub>15</sub>) i (*K*<sub>16</sub>).

Kurki (*K*<sub>10</sub>) i (*K*<sub>12</sub>) należy ustawić w położeniu, jakie mają podczas oznaczania czasu ochronnego działania. Pozostałe w aparaturze kurki należy otworzyć.

Aparaturę należy uważać za szczelną, jeżeli po otwarciu butli Mariotte'a i po ustaleniu się równowagi, brak będzie wycieku wody.

Po sprawdzeniu szczelności aparatury, włączyć łąźnię wodną (8) lub termostat (9) o zakresie temperatur 20 ÷ 30°C z dokładnością ±1°C i po 15 min, w którym to czasie następuje wyrównanie temperatury w odparowalniku (7) i termostacie (9), uruchomić źródło powietrza (1).

Regulując zaciskiem lub kurkiem (*K*<sub>1</sub>) oraz kurkami (*K*<sub>5</sub>), (*K*<sub>15</sub>), (*K*<sub>9</sub>) i (*K*<sub>11</sub>), ustalić wg reometru (*Re*<sub>2</sub>) oraz przepływomierzy pływakowych (*Re*<sub>1</sub>) i (*Re*<sub>4</sub>) wymaganą ilość powietrza przepływającego przez aparat.

Po 5 min, licząc od momentu uzyskania wymaganej ilości powietrza przepływającego przez aparat, odczytać różnicę temperatur powietrza na psychrometrze (6) i na tej podstawie odczytać z tablic wilgotność powietrza wewnątrz aparatu. Pokręcając kurkami (*K*<sub>2</sub>), (*K*<sub>3</sub>) i (*K*<sub>4</sub>) ustalić poziom wilgotności wg 2.7 c).

**2.6. Oznaczanie stężenia czterochloru węgla w mieszaninie powietrzno-parowej**

**2.6.1. Zasada metody** polega na określeniu ubytku masy czterochloru węgla w odparowalniku w odniesieniu do objętości powietrza przepuszczanego przez aparat w ustalonym czasie trwania pomiaru. Ubytek masy określa się przez ważenie odparowalnika przed i po pomiarze czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec czterochloru węgla.

**2.6.2. Wykonanie oznaczania.** Odparowalnik (7) zważyć na wadze technicznej z dokładnością do 0,1 g i podłączyć do aparatury, uruchomić aparat przygotowany wg 2.5. Otworzyć kurki (*K*<sub>6</sub>), (*K*<sub>7</sub>) i (*K*<sub>8</sub>) i za pomocą kurka (*K*<sub>6</sub>) oraz reometru (*Re*<sub>2</sub>) ustalić strumień objętości powietrza umożliwiający otrzymanie stężenia czterochloru węgla w mieszaninie powietrzno-parowej wg 2.7 b).

Równocześnie włączyć czasomierz i postępować dalej wg 2.8, przepuszczając mieszaninę powietrzno-parową przez dolną część aparatu. Po upływie 10 min zamknąć kurki (*K*<sub>7</sub>) i (*K*<sub>8</sub>), wyłączyć czasomierz, odłączyć odparowalnik (7) od aparatu, dokładnie osuszyć miękką ściereczką i zważyć wraz z zawartością na wadze technicznej. Ważenie wykonywać z dokładnością do 0,1 g.

**2.6.3. Obliczanie wyniku oznaczania.** Stężenie czterochloru węgla w mieszaninie powietrzno-parowej (*C*) obliczyć w mg/dm<sup>3</sup> wg wzoru

$$C = \frac{m_1 - m_2}{t \cdot (V_1 + V_2)} \quad (1)$$

w którym:

- $m_1$  — masa odparownika z czterochlorkiem węgla przed pomiarem, g,
- $m_2$  — masa odparownika z czterochlorkiem węgla po pomiarze, g,
- $t$  — czas odparowywania, min,
- $V_1$  — stumień objętości powietrza przepływającego przez reometr ( $Re_1$ ),  $\text{dm}^3/\text{min}$ ,
- $V_2$  — strumień objętości powietrza przepływającego przez reometr ( $Re_2$ ),  $\text{dm}^3/\text{min}$ .

### 2.7. Warunki oznaczania czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych wobec czterochlorku węgla

a) strumień objętości mieszaniny powietrzno-parowej przepływający przez pochłaniacz lub filtropochłaniacz  $30 \pm 0,3 \text{ dm}^3/\text{min}$ , a przez wkład pochłaniający i filtropochłaniający —  $15 \pm 0,1 \text{ dm}^3/\text{min}$ ,

b) stężenie czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-parowej przepuszczanej przez elementy sorpcyjne  $32 \pm 1,5 \text{ mg}/\text{dm}^3$ ,

c) wilgotność względna mieszaniny powietrzno-parowej przepływającej przez psychrometr aspiracyjny  $50 \pm 2\%$ ,

d) temperatura otoczenia  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ,

e) temperatura mieszaniny powietrzno-parowej wskazywana przez suchy termometr psychrometru aspiracyjnego  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ,

f) temperatura łaźni wodnej lub termostatu ustawiona na zakres temperatur  $20 \div 30^\circ\text{C}$  z dokładnością  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

**2.8. Wykonanie oznaczania czasu ochronnego działania elementów sorpcyjnych.** Oznaczyć stężenie czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-parowej wg 2.6, stosując aparaturę przygotowaną wg 2.5. W pojemnikach metalowych lub w zaciskach (13) i (14) umieścić badany element sorpcyjny. Oznaczanie stężenia czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-parowej należy przeprowadzić przed pomiarem i po pomiarze czasu ochronnego działania, a jeśli czas ochronnego działania elementu sorpcyjnego pozwoli, to również w trakcie pomiaru.

Po uzyskaniu wymaganego wg 2.7b) stężenia czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-parowej, uruchomić sekundomierz i jednocześnie ustawić kurki ( $K_{10}$ ) i ( $K_{12}$ ) w takie położenie, aby mieszanina powietrzno-parowa dostawała się do pojemników metalo-

wych lub zacisków (13) i (14), w których umieszczone są elementy sorpcyjne. Kurkami ( $K_{13}$ ) i ( $K_{14}$ ) wyregulować na reometrze ( $Re_5$ ) i ( $Re_6$ ) strumień objętości mieszaniny powietrzno-parowej do wartości  $1,5 \text{ dm}^3/\text{min}$ . Następnie przepuszczać dalej wyregulowany strumień objętości mieszaniny powietrzno-parowej przez rurki kwarcowe umieszczone w piecu Marscha (15), rozgrzane do temperatury  $850 \pm 50^\circ\text{C}$ , a potem przez płuczki Dreschla (16) i (17), w których znajduje się po  $25 \text{ cm}^3$  roztworu wskaźnikowego wg 2.3 b). Po zabarwieniu się roztworu wskaźnikowego w płuczkach na ciemnoniebiesko, przełączyć kurki ( $K_{10}$ ) i ( $K_{12}$ ), skierowując strumień mieszaniny powietrzno-parowej do wyciągu (12) przez zabezpieczenie np. pochłaniacz czterochlorku węgla, zamknąć kurki ( $K_7$ ) i ( $K_8$ ), wyłączając jednocześnie czasomierz. Czas w minutach mierzony od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrzno-parowej przez elementy sorpcyjne do momentu przebiecia elementu sorpcyjnego [wystąpienie ciemnoniebieskiego zabarwienia w płuczkach (16) i (17)] jest oznaczonym czasem ochronnego działania ( $\theta_1$ ) wobec czterochlorku węgla.

**2.9. Obliczanie wyniku oznaczania.** Uzyskany podczas oznaczania czas ochronnego działania elementu sorpcyjnego ( $\theta_1$ ) należy przeliczyć wg 2.7b) na czas ( $\theta$ ), który uzyskałoby się przy stężeniu czterochlorku węgla ( $C_o$ ) wg wzoru

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

w którym:

- $\theta_1$  — oznaczony czas ochronnego działania elementu sorpcyjnego, min,
- $C_s$  — stężenie równe średniej arytmetycznej stężeń czterochlorku węgla uzyskanych przed i po oznaczaniu czasu ochronnego działania,  $\text{mg}/\text{dm}^3$ ,
- $C_o$  — wymagane stężenie czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-parowej równe  $32 \text{ mg}/\text{dm}^3$ .

**2.10. Wynik oznaczania.** Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć wynik jednego oznaczania czasu ochronnego działania elementu sorpcyjnego wobec czterochlorku węgla w mieszaninie powietrzno-parowej 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 Górnicstwa, Katowice.

#### 2. Normy związane

PN-74/C-97554 Węgiel aktywny formowany

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

BN-82/9542-09 Sprzęt ochrony dróg oddechowych. Oznaczanie czasu ochronnego działania sorbentów węglowych wobec cyjanowodoru i chlorocyjanu

#### 3. Normy zagraniczne

NRD TGL 21362/02-1977 Filter für Atemschutzgeräte. Resistenzzeit. Prüfung

4. Autorzy projektu normy — dr Marta Rozmarynowicz, mgr inż. Maria Pańkowska, mgr Marian Smyk — Główny Instytut Górnicstwa oraz mgr Wanda Panasewicz Centralny Instytut Ochrony Pracy.