

OCHRONA DRÓG ODDECHOWYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Sprzęt ochrony dróg oddechowych Oznaczenie czasu ochronnego działania elementów pochłaniających wobec czterochloroetylenu	9542-13
		Grupa katalogowa 1409

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczenie czasu ochronnego działania wobec czterochloroetylenu elementów pochłaniających w postaci pochłaniaczy, filtropochłaniaczy, wkładów pochłaniających i filtropochłaniaczy wchodzących w skład sprzętu indywidualnej ochrony dróg oddechowych stosowanego w skażonym środowisku powietrznym.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować przy badaniach odbiorczych lub badaniach typu elementów pochłaniających przeznaczonych do ochrony dróg oddechowych przed czterochloroetylenem.

1.3. Określenia — wg PN-77/Z-02005/01 i PN-80/Z-02008/01.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody polega na przepuszczaniu przez element pochłaniający mieszaniny powietrza i czterochloroetylenu (mieszaniny powietrzno-paraowej) o założonym stężeniu do czasu zmiany (określonej normą) barwy roztworu wskaźnikowego w płuczce, z bezbarwnej na ciemnoniebieską, powstałej na skutek obecności w powietrzu chloru, będącego produktem pirolitycznego rozkładu czterochloroetylenu.

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 (*I*) o wydajności co najmniej 62 dm³/min, dwie płuczki, w 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 wapniowym, psychrometr aspiracyjny (*6*) oraz przepływomierz pływakowy (*Re*₁) do pomiaru strumienia objętości o wydajności do 60 dm³/min;

— zespół dozujący czterochloroetylen (*II*) obejmujący odparowalnik szklany (*7*), np. wg BN-82/9542-09 rys. 3, łaźnię wodną (*8*) lub termostat (*9*), reometr (*Re*₂) o wydajności do 0,2 dm³/min do pomiaru strumienia objętości powietrza zapewniającego otrzymanie stężenia czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-paraowej wg 2.7;

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

— zespół reakcyjny (*IV*) obejmujący przepływomierze pływakowe (*Re*₃) i (*Re*₄) do pomiaru strumienia objętości mieszaniny powietrzno-paraowej o wydajności 1,5 ÷ 35 dm³/min, manostat (*11*) utrzymujący w aparacie stałe ciśnienie i odprowadzający nadmiar mieszaniny powietrzno-paraowej do wyciągu (*12*) przez zabezpieczenie, np. pochłaniacz czterochloroetylenu oraz, zależnie od przeznaczenia, dwa pojemniki metalowe (*13*) i (*14*) do umocowania wkładów pochłaniających lub filtropochłaniaczy albo zaciski do mocowania pochłaniaczy lub filtropochłaniaczy;

— zespół do oznaczania momentu przebicia czterochloroetylenu (*V*) obejmujący rurowy piec oporowy Marscha (*15*) z regulacją temperatury w zakresie 700 ÷ 1000°C, dwa reometry (*Re*₅) i (*Re*₆) pozwalające na dawkowanie powietrza opuszczającego badany element pochłaniający na płuczki oraz dwie płuczki Dreschla (*16*) i (*17*) zawierające roztwór wskaźnikowy.

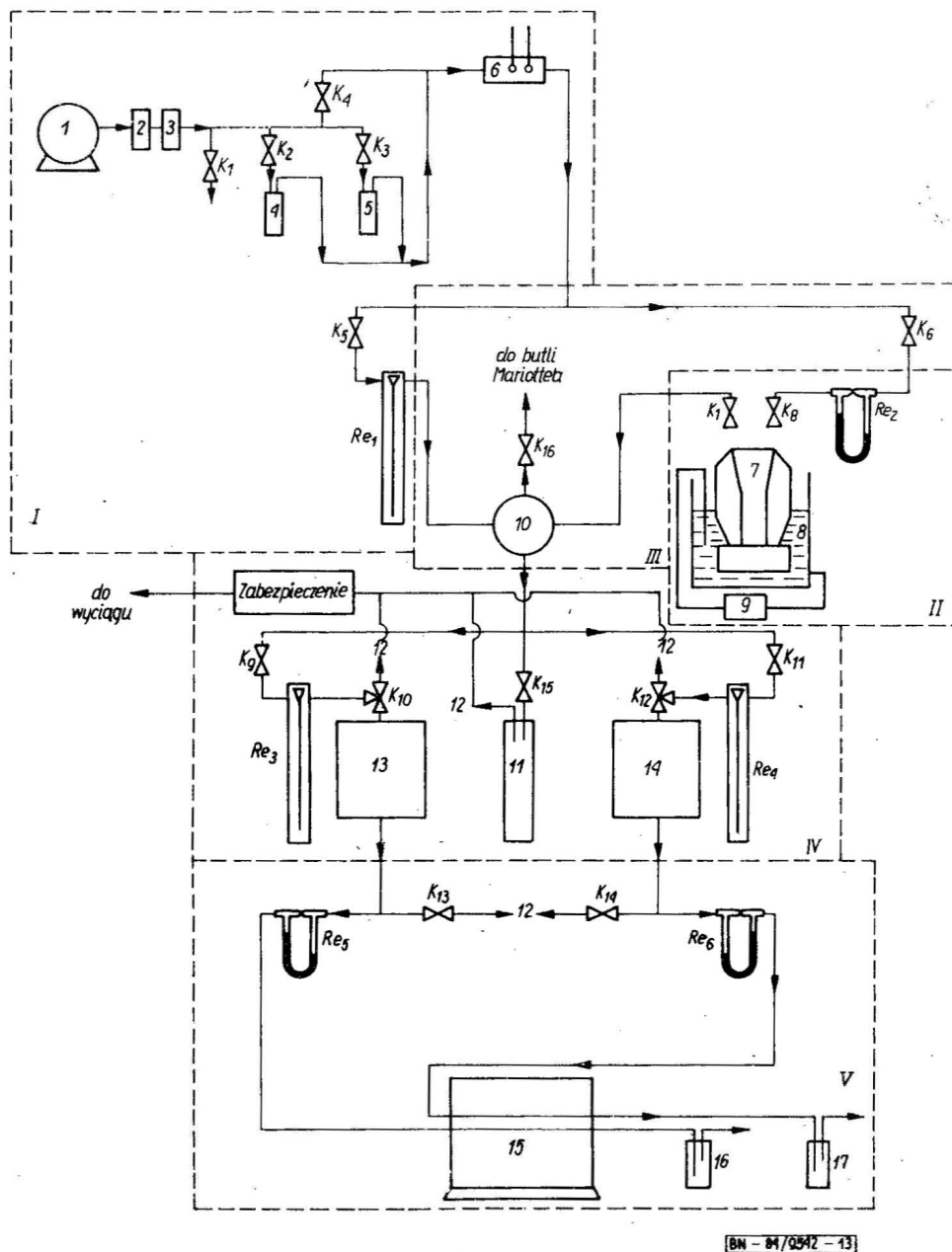
b) Czasomierz, np. sekundomierz.

c) Butla Mariotte'a pojemności 5 dm³.

d) Rotometry o zakresach pomiarowych 20 ÷ 200 dm³/h, 500 ÷ 3000 dm³/h, 3000 ÷ 5000 dm³/h.

e) Gazomierz mokry o zakresie pomiarowym 500 ÷ 5000 dm³/h.

Zgłoszona przez Główny Instytut Górniczo-energetyczny (O)
Ustanowiona przez Ministra Górniczo-energetyki dnia 20 grudnia 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1985 poz. 6)



BN - 84/9542 - 13

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Skrobia stabilizowana — roztwór: 1,5 g skrobi rozpuścić w 20 cm³ zimnej wody destylowanej i wlać do 300 cm³ wrzącej wody destylowanej, gotować 1 ÷ 2 min. Po ostygnięciu dodać 0,45 g jodku potasowego cz.d.a. 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) mieszać z 8 cm³ 0,1N roztworu jodku potasowego. Otrzymaną mieszaninę roztworów uzupełnić do 40 cm³ wodą destylowaną.

Czułość wskaźnika wynosi około 0,3 mg czterochloroetyleny w płuczce zawierającej 20 cm³ roztworu

wskaźnikowego (oznaczalność indykacji chemicznej dla czterochloroetyleny wynosi 190 mg/m³).

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

c) Chlorek wapniowy (CaCl₂) cz.d.a.

d) Czterochloroetylen (C₂Cl₄) cz.

e) Kwas siarkowy (H₂SO₄) (1,25) cz.d.a.

f) Oranż metylowy (C₁₄H₁₄O₃N₃SNa) — 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

cego przez kapilarę. Reometr (Re_2) należy cechować przy użyciu butli Mariotte'a.

Skalowanie pozostałych reometrów należy wykonać za pomocą zalegalizowanego rotametu lub gazomierza mokrego o dokładności wskazań $\pm 0,015 \text{ dm}^3/\text{min}$.

W czasie skalowania należy zachować następujące warunki:

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

b) temperatura przepływającego przez kapilarę reometru powietrza i temperatura otoczenia powinny być jednakowe i wynosić $20 \pm 2^\circ\text{C}$,

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^3/min , a na osi odciętych różnicę poziomów słupka cieczy reometrycznej w mm,

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

f) różnica poziomów cieczy reometrycznej przy strumieniu objętości powietrza właściwym dla danego elementu pochłaniającego 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 słupka cieczy

— w przepływomierzu pływakowym (Re_1) właściwą dla osiągnięcia strumienia objętości mieszaniny powietrza i czterochloroetyleny (zgodnie z wykresem),

— w reometrze (Re_2) właściwą dla osiągnięcia stężenia czterochloroetyleny w mieszaninie $34 \pm 1,5 \text{ mg}/\text{dm}^3$.

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 $3/4$ objętości czterochloroetylenem. Sprawdzić szczelność aparatury, np. za pomocą butli Mariotte'a, podłączając ją przed jedną z płuczek, np. (17), przy równoczesnym zamknięciu płuczki (16). Po pomiarze szczelności należy odciąć źródło powietrza (1), odłączyć odparowalnik (7) przez zamknięcie kurków (K_7) i (K_1) oraz zamknąć kurki (K_1), (K_{15}) i (K_{16}). Kurki (K_{10}) i (K_{12}) należy ustawić w położeniu, jakie mają podczas oznaczania czasu ochronnego działania. Pozostałe w aparaturze kurki należy otworzyć. Aparaturę należy uznać za szczelną, jeżeli po otwarciu butli Mariotte'a i po ustaleniu się równowagi brak będzie wycieku wodny.

Po sprawdzeniu szczelności aparatury włączyć łąźnię wodną (8) lub termostat (9) o zakresie temperatur $30 \div 40^\circ\text{C}$ z dokładnością $\pm 1^\circ\text{C}$ i po 15 min, kiedy następuje wyrównanie temperatury w odparowalniku (7) i termostacie (9), uruchomić źródło powietrza (1).

Regulując zaciskiem lub kurkiem (K_1) oraz kurkami (K_5), (K_9), (K_{11}) i (K_{15}) ustalić wg reometru (Re_2) oraz przepływomierzy pływakowych (Re_1) i (Re_4) 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. Podkreślając kurkami (K_2), (K_3) i (K_4) ustalić poziom wilgotności wg 2.7c).

2.6. Oznaczanie stężenia czterochloroetyleny w mieszaninie powietrzno-parowej

2.6.1. Zasada metody polega na określeniu ubytku masy czterochloroetyleny 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 pochłaniających wobec czterochloroetyleny.

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_6), (K_7) i (K_8) i za pomocą kurka (K_6) oraz reometru (Re_2) ustalić strumień objętości powietrza pozwalający na otrzymanie stężenia czterochloroetyleny 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_7) i (K_8), wyłączyć czasomierz, odłączyć odparowalnik (7) od aparatu, dokładnie osuszyć miękką ściereczką i zważyć wraz z zawartością na wadze technicznej.

Ważenie wykonać z dokładnością do 0,1 g.

2.6.3. Obliczanie wyniku oznaczania. Stężenie czterochloroetyleny w mieszaninie powietrzno-parowej (C) obliczyć w mg/dm^3 wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa odparowalnika z czterochloroetylenem przed pomiarem, g,

m_2 — masa odparowalnika z czterochloroetylenem po pomiarze, g,

t — czas odparowywania, min,

V_1 — strumień objętości powietrza przepływającego przez reometr (Re_1), dm^3/min ,

V_2 — strumień objętości powietrza przepływającego przez reometr (Re_2), dm^3/min .

2.7. Warunki oznaczania czasu ochronnego działania elementów pochłaniających wobec czterochloroetylenu

a) Strumień objętości mieszaniny powietrzno-parowej przepływającej 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 czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-parowej przepuszczanej przez elementy pochłaniające $34 \pm 1,5 \text{ mg}/\text{dm}^3$.

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 (8) lub termostatu (9) ustawiona na zakres temperatur $30 \div 40^\circ\text{C}$ z dokładnością $\pm 1^\circ\text{C}$.

2.8. Wykonanie oznaczania czasu ochronnego działania elementów pochłaniających. Oznaczyć stężenie czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-parowej wg 2.6, stosując aparaturę przygotowaną wg 2.5. W pojemnikach metalowych lub zaciskach (13) i (14) umieścić badane elementy pochłaniające. Oznaczenie stężenia czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-parowej należy przeprowadzić przed pomiarem i po pomiarze czasu ochronnego działania.

Po uzyskaniu wymaganego wg 2.7 b) stężenia czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-parowej uruchomić czasomierz i jednocześnie ustawić kurki (K_{10}) i (K_{12}) w takie położenie, aby mieszanina powietrzno-parowa dostawała się do pojemników stalowych lub zacisków (13) i (14), w których umieszczone są elementy pochłaniające. Kurkami (K_{13}) i (K_{14}) wyregulować na reometrze (Re_5) i (Re_6) strumień objętości mieszaniny powietrzno-parowej do wartości $1,5 \pm 0,1 \text{ dm}^3/\text{min}$. Następnie przepuszczać dalej wyregulowany strumień objętości mieszaniny powietrzno-parowej przez rurki kwarcowe umieszczone w piecu Marscha (15), rozgrzane do temperatury $900 \pm 50^\circ\text{C}$, a potem przez płuczki

Dreschla (16) i (17), w których znajduje się po 20 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 czterochloroetylenu, zamknąć kurki (K_7) i (K_8) wyłączając jednocześnie czasomierz. Czas, w minutach, mierzony od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrzno-parowej przez elementy pochłaniające do momentu przebiccia elementu pochłaniającego (wystąpienia ciemnoniebieskiego zabarwienia roztworu wskaźnikowego) jest oznaczonym czasem ochronnego działania (θ_1) wobec czterochloroetylenu.

2.9. Obliczanie wyniku oznaczania. Uzyskany podczas oznaczania czas ochronnego działania elementu pochłaniającego (θ_1) należy przeliczyć wg 2.7 b) na czas (θ), który uzyskaloby się przy stężeniu czterochloroetylenu (C_0) wg wzoru

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

w którym:

θ_1 — oznaczony czas ochronnego działania elementu pochłaniającego, min,

C_s — stężenie równe średniej arytmetycznej stężeń czterochloroetylenu uzyskanych przed i po oznaczeniu czasu ochronnego działania, mg/dm^3 ,

C_0 — wymagane stężenie czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-parowej równe $34 \text{ mg}/\text{dm}^3$.

2.10. Wynik oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć wynik jednego oznaczania czasu ochronnego działania elementu pochłaniającego wobec czterochloroetylenu w mieszaninie powietrzno-parowej obliczony wg wzoru (2) i pomniejszony o wskaźnik opóźnienia indykatora wynoszący 5 min.

Wynik oznaczenia 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

PN-77/Z-02005/01 Sprzęt ochrony dróg oddechowych. Sprzęt indywidualnej ochrony dróg oddechowych stosowany w środowisku powietrznym. Systematyka i określenia

PN-80/Z-02008/01 Sprzęt indywidualnej ochrony dróg oddechowych stosowany w środowisku powietrznym. Sprzęt respiracyjny po-

chłaniający oraz pochłaniacze i wkłady pochłaniające. Podział i określenia

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

3. Autorzy projektu normy — dr Marta Rozmarynowicz, mgr Marian Smyk, mgr inż. Maria Pańkowska — Główny Instytut Górnictwa.