

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Sorbenty węglowe do pochłaniaczy przemysłowych	6081-08
		Grupa katalogowa X 42

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są sorbenty węglowe będące węglami aktywnymi lub węglami aktywnymi z naniesionymi na ich powierzchni związkami chemicznymi.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Sorbenty węglowe stosuje się do produkcji pochłaniaczy chroniących drogi oddechowe przed substancjami toksycznymi występującymi w postaci par lub gazów.

### 1.3. Określenia

**1.3.1. Skład ziarnowy** — masa sorbentu węglowego wyrażona w procentach wagowych pozostająca na sitach o określonym wymiarze oczek przy określonym sposobie odsiewania.

**1.3.2. Wytrzymałość mechaniczna** — procentowa zawartość frakcji sorbentu węglowego o wymiarze powyżej 1 mm pozostała po zmieleniu w młynku kulowym w określonych warunkach badania.

**1.3.3. Gęstość nasypowa** — gęstość 1 dm<sup>3</sup> sorbentu węglowego, ubitego w naczyniu przez utrząsanie, wyrażona w gramach.

**1.3.4. Wilgotność** — ubytek masy sorbentu węglowego w wyniku jego suszenia do stałej masy, wyrażony w procentach wagowych.

**1.3.5. Nasiąkliwość wodna** — wskaźnik charakteryzujący sumaryczną objętość porów w cm<sup>3</sup>/g sorbentu węglowego, określony przy użyciu wody.

**1.3.6. Opór warstwy** — różnica ciśnień na wlocie i wylocie określonej wysokości (5 cm) warstwy sorbentu przy ustalonej prędkości przepływu powietrza.

**1.3.7. Aktywność dynamiczna** — własność związana z pochłaniaczem par i gazów przez określoną

warstwę sorbentu węglowego ze strumienia przepływającego przez nią gazu, wskazująca czas, po którym za warstwą stwierdza się obecność adsorbentu, wyznaczona wg ustalonej metody.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Rodzaje.** W zależności od warunków karbonizacji, charakteru związków chemicznych nanoszonych na węgiel aktywny, a także od parametrów jakościowych przedstawionych w tabl. 1 rozróżnia się następujące rodzaje sorbentów:

AG — węgiel aktywny karbonizowany z udziałem pary wodnej,

AHD — węgiel aktywny karbonizowany bez pary wodnej,

SHD-3 — sorbent węglowy do pochłaniania gazów kwaśnych i dwutlenku siarki,

AS — sorbent węglowy do pochłaniania amoniaku,

HGS — sorbent węglowy do pochłaniania par rtęci,

KS — sorbent węglowy — katalizator.

**2.2. Przykład oznaczenia sorbentu węglowego do pochłaniania par rtęci:**

SORBENT WĘGLOWY PAR RTECI HGS BN-79/6081-08

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Sorbenty węglowe powinny być ciałami stałymi o cylindrycznych kształtach, barwy czarnej lub z popielatym odcieniem. Granulki sorbentu nie powinny być popłupane lub popękane. Sorbenty nie powinny zawierać zanieczyszczeń mechanicznych w postaci gliny, piasku itp. Każda partia powinna zawierać jednolity pod względem wyglądu zewnętrznego produkt we wszystkich opakowaniach.

**3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne** — wg tabl. 1.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno- i Wyrobów Drzewnych  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tartaczno- i Wyrobów Drzewnych  
dnia 17. grudnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r. (Dz. Norm. i Miar nr 3/1980 poz. 17)

Tablica 1

Lp.	Wymagania	Rodzaje sorbentów					
		AG	AHD	SHD-3	AS	HGS	KS
1	Skład ziarnowy: — odsiew, %, na sicie o średnicy oczek: 3,6 ÷ 2,8 mm, najwyżej 2,8 ÷ 1,5 mm, nie normalizuje się 1,5 ÷ 1,0 mm, najwyżej — przesiew przez sito o średnicy oczek 1 mm, %, najwyżej	8,0 — 8,0	8,0 — 8,0	8,0 — 8,0	8,0 — 8,0	8,0 — 8,0	8,0 — 8,0
2	Gęstość nasypowa, g/dm <sup>3</sup>	400 ÷ 500	400 ÷ 550	400 ÷ 600	550 ÷ 650	500 ÷ 600	450 ÷ 550
3	Wilgotność, %, najwyżej	3,0	3,0	13,0 ÷ 15,0	10,0 ÷ 12,0	6,0	3,0
4	Wytrzymałość mechaniczna, %, co najmniej	90,0	90,0	90,0	90,0	90,0	90,0
5	Nasiąkliwość wodna, cm <sup>3</sup> /g, co najmniej	—	0,8	—	—	—	—
6	Opór warstwy sorbentu wysokości 5 cm, mmH <sub>2</sub> O, przy prędkości przepływu powietrza 0,5 dm <sup>3</sup> / (cm <sup>2</sup> min), najwyżej	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0	8,0
7	Aktywność dynamiczna, min, w stosunku do: a) czterochlorku węgla o stężeniu C = 32 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej b) chloru o stężeniu C = 14,8 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej c) dwutlenku siarki o stężeniu C = 13,3 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej d) cyjanowodoru o stężeniu C = 5,6 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej e) benzenu o stężeniu C = 18 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej f) chloropikryny o stężeniu C = 10 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej g) chlorku etylu o stężeniu C = 5,0 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej h) amoniaku o stężeniu C = 10,6 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej i) par rtęci o stężeniu C = 0,0152 mg/dm <sup>3</sup> , co najmniej	40,0 — — — 50,0 — — — —	50,0 — — — 60,0 160,0 28,0 —	— 23,0 23,0 — — — — —	— — — — — — — 15,0 —	— — — — — — — — 480	— 15,0 16,0 35,0 — — — — —
8	Ścieralność, %, najwyżej <sup>1)</sup>	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5

1) Oznacza się na żądanie odbiorcy.

#### 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Sorbenty węglowe należy pakować po 35 ÷ 50 kg w bębny z blachy stalowej o wymiarach 450×750 — 0,5 typ 4 wg PN-75/O-79601. Po zamknięciu brzeg pokrywki należy uszczelnić taśmą izolacyjną lub pakiem. Znakoowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-76/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu

napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę netto,
- datę produkcji.

**4.2. Przechowywanie.** Sorbenty węglowe należy przechowywać w pomieszczeniach krytych, suchych i przewiewnych. Bębny należy składować w pozycji stojącej najwyżej w trzech warstwach.



Okres gwarancyjny przydatności sorbentów węglowych do pochłaniaczy przemysłowych powinien wynosić nie mniej niż 2 lata.

**4.3. Transport.** Sorbenty węglowe należy przewozić krytymi środkami transportu zabezpieczającymi produkt przed opadami atmosferycznymi. Bębny należy ustawiać w pozycji stojącej najwyżej w 2 warstwach zabezpieczając je zgodnie z obowiązującymi przepisami.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- b) Oznaczanie składu ziarnowego (tabl. 1 lp. 1),
- c) Oznaczanie masy nasypowej (tabl. 1 lp. 2),
- d) Oznaczanie wilgotności (tabl. 1 lp. 3),
- e) Oznaczanie wytrzymałości (tabl. 1 lp. 4),
- f) Oznaczanie nasiąkliwości wodnej (tabl. 1 lp. 5),
- g) Oznaczanie oporu warstwy (tabl. 1 lp. 6),
- h) Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do:
  - czterochlorku węgla (tabl. 1 lp. 7a),
  - chloru (tabl. 1 lp. 7b),
  - dwutlenku siarki (tabl. 1 lp. 7c),
  - cyjanowodoru (tabl. 1 lp. 7d),
  - benzenu (tabl. 1 lp. 7e),
  - chloropikryny (tabl. 1 lp. 7f),
  - chlorku etylu (tabl. 1 lp. 7g),
  - amoniaku (tabl. 1 lp. 7h),
  - par rtęci (tabl. 1 lp. 7i),
- i) Oznaczanie ścieralności (tabl. 1 lp. 8).

**5.2. Wielkość partii.** Partia sorbentu powinna składać się co najmniej z 35 opakowań zawierających jeden rodzaj sorbentu i nie powinna być mniejsza od 1 Mg.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500.

Próbkę należy pobierać z całego przekroju opakowania zgłębnikiem 15 lub 16 wg PN-74/C-60008. Z każdego opakowania należy pobrać taką ilość próbek pierwotnych, aby masa próbki ogólnej wynosiła co najmniej 6 kg. Wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 3 kg. Próbkę należy podzielić na dwie części. Jedną należy przekazać do laboratorium w celu wykonania analiz, a drugą przechowywać do ewentualnej analizy rozjemczej w ciągu trzech miesięcy licząc od daty wysyłki sorbentu.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego** należy wykonać organoleptycznie.

**5.4.2. Oznaczanie składu ziarnowego** należy wykonać wg PN-74/C-97554 p. 5.4.4.

**5.4.3. Oznaczanie masy nasypowej** należy wykonać zgodnie z PN-74/C-97554 p. 5.4.2.

**5.4.4. Oznaczanie wilgotności** należy wykonać zgodnie z PN-75/C-97551 p. 5.4.4.

**5.4.5. Oznaczanie wytrzymałości mechanicznej** należy wykonać wg PN-74/C-97554 p. 5.4.5.

**5.4.6. Oznaczanie nasiąkliwości wodnej** należy wykonać wg PN-74/C-97554 p. 5.4.8.

### 5.4.7. Oznaczanie oporu warstwy sorbentu

#### 5.4.7.1. Aparatura i przyrządy

- a) Aparat wg rysunku.
- b) Pompa próżniowa.
- c) Mikromanometr.
- d) Rurka pomiarowa.
- e) Trójnik.

#### 5.4.7.2. Warunki oznaczania

- a) Powierzchnia przekroju rurki pomiarowej —  $3 \pm 0,2 \text{ cm}^2$ .
- b) Wysokość warstwy badanego sorbentu — 5 cm.
- c) Natężenie przepływu mieszaniny powietrza —  $0,5 \text{ dm}^3/(\text{cm}^2 \cdot \text{min})$ .
- d) Temperatura otoczenia —  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .
- e) Wilgotność względna powietrza przepływającego przez psychrometr wskazana przez termometr suchy przy temperaturze  $20^\circ\text{C}$  —  $50 \pm 2\%$ .

**5.4.7.3. Wykonanie oznaczania.** Przed przystąpieniem do właściwego pomiaru należy wyznaczyć opór własny rurki pomiarowej i połączeń. W tym celu pustą rurkę pomiarową należy za pomocą trójnika z aparatem wg rysunku oraz z mikromanometrem. Po ustaleniu przepływu należy odczytać na skali mikromanometru wartość oporu  $p$ . Następnie należy wykonać pomiar właściwy. W tym celu rurkę pomiarową napełnia się badanym sorbentem i podłącza do układu pomiarowego. Po ustaleniu przepływu należy odczytać wielkość oporu  $p$  w  $\text{mmH}_2\text{O}$ .

Wartość oporu warstwy sorbentu  $X$  w  $\text{mmH}_2\text{O}$  należy obliczyć wg wzoru

$$X = p - p_0 \quad (1)$$

w którym:

$p$  — opór własny rurki pomiarowej wraz z połączeniem i badanym sorbentem,  $\text{mmH}_2\text{O}$ ,

$p_0$  — opór własny rurki pomiarowej,  $\text{mmH}_2\text{O}$ .

**5.4.7.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników, których różnica nie przekracza 15% wyniku mniejszego.

**5.4.8. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do czterochlorku węgla**

#### 5.4.8.1. Aparatura i przyrządy

- a) Aparat do oznaczania aktywności dynamicznej wg rysunku.
- b) Pompa próżniowa.



c) Piec rurowy długości  $25 \div 30$  cm z regulowaną temperaturą.

d) Rurki kwarcowe.

#### 5.4.8.2. Odczynniki

a) Czterochlorek węgla cz.

b) Kwas siarkowy cz.d.a. 1,25 i 1,84.

c) Wskaźnik do wykrywania czterochlorku węgla, po rozłożeniu go w piecu rurowym o temperaturze  $850 \pm 25^\circ\text{C}$ .  $1\text{ cm}^3$  10-procentowego kwasu azotowego cz.d.a. i  $1\text{ cm}^3$  1-procentowego roztworu azotanu srebra odmierzonych pipetą dodać do  $10\text{ cm}^3$  wody destylowanej. Tak przygotowany wskaźnik nie powinien wykazywać opalescencji. Wskaźnik może być używany w ciągu 24 h od sporządzenia. Dopuszcza się stosowanie 0,5-procentowego roztworu oranżu metylowego.

#### 5.4.8.3. Warunki oznaczania

a) Przekrój rurki pomiarowej —  $3 \pm 0,2\text{ cm}^2$ .

b) Wysokość warstwy badanego sorbentu w rurce —  $5 \pm 0,1\text{ cm}$ .

c) Przepływ mieszaniny powietrza z czterochlorkiem węgla —  $0,5\text{ dm}^3/(\text{cm}^2 \cdot \text{min})$ .

d) Stężenie czterochlorku węgla w mieszaninie —  $32 \pm 2,0\text{ mg/dm}^3$ .

e) Temperatura otoczenia —  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

f) Temperatura mieszaniny powietrza wskazana przez suchy termometr psychrometru —  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

g) Wilgotność względna powietrza przepływającego przez psychrometr przy temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  —  $50 \pm 2\%$ .

h) Temperatura kąpielii wodnej —  $30 \pm 2^\circ\text{C}$ .

Ilość powietrza  $V_1$  w  $\text{dm}^3/\text{min}$ , którą należy przepuścić przez rurkę pomiarową o przekroju  $P$  w  $\text{cm}^2$ , należy obliczyć wg wzoru

$$V_1 = 1000 \cdot V \cdot P \quad (3)$$

w którym  $V$  — prędkość liniowa,  $\text{cm}/\text{min}$ ; liczbowa wartość  $V$  w badaniach określonych niniejszą normą wynosi 0,5.

Stężenie par czterochlorku węgla  $C$  określa się w  $\text{mg}/\text{dm}^3$  z ubytku masy naczynia z czterochlorkiem węgla w odniesieniu do całkowitej ilości powietrza podawanego na aparat, mierzonego reometrem 8 (rysunek) wg wzoru

$$C = \frac{m_1 - m_2}{t \cdot V_1} \quad (4)$$

w którym:

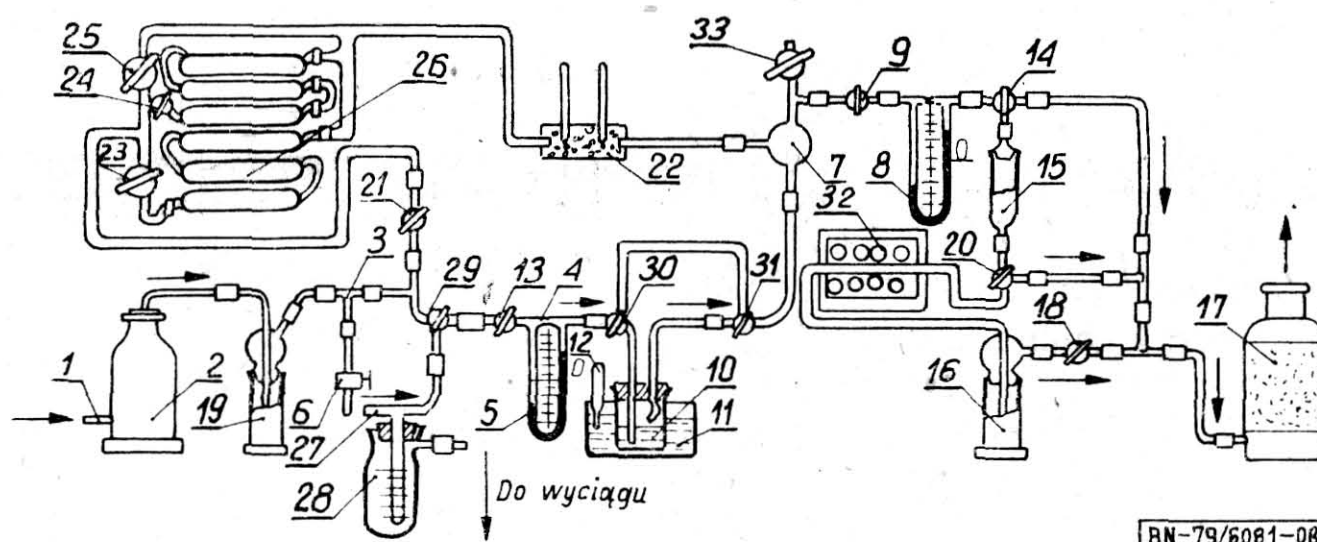
$m_1$  — masa naczynia z czterochlorkiem węgla przed uruchomieniem przepływu powietrza przez aparat, g,

$m_2$  — masa naczynia z czterochlorkiem węgla po zatrzymaniu przepływu powietrza przez aparat, g,

$t$  — czas trwania oznaczania (od momentu włączenia powietrza do momentu zatrzymania), min,

$V_1$  — ilość powietrza przepływającego przez aparat,  $\text{dm}^3/\text{min}$ .

Stężenie par czterochlorku węgla w mieszaninie powietrznej reguluje się zmianą przepływu powietrza przez naczynie 10 napełnione czterochlorkiem węgla (rysunek).



Powierzchnię przekroju rurki pomiarowej określa się przez napełnienie rurki pomiarowej wodą z biurety podnosząc jej poziom dokładnie co 1 cm i odnotowując każdorazowo wskazanie biurety.

Powierzchnię przekroju rurki  $P$  w  $\text{cm}^2$  należy obliczyć wg wzoru

$$P = \frac{V}{h} \quad (2)$$

w którym:

$V$  — objętość wody wg wskazań biurety,  $\text{cm}^3$ ,

$h$  — wysokość słupa wody w rurce, cm.

**5.4.8.4. Opis aparatu.** Aparat połączony jest przewodem gumowym z pompą próżniową. Wpływające do aparatu przez króciec 1 powietrze przechodzi przez filtr oczyszczający przeciwpyłowy 2 do płuczki osuszającej 19 wypełnionej kwasem siarkowym (1,84). Oczyszczone i osuszone powietrze przechodzi przez trójnik 3 i rozdziela się na dwa strumienie: główny przechodzący przez kolumny nawilżające 26 i psychrometr 22 do mieszalnika 7 i dodatkowy przechodzący przez system kurków trójdrożnych 29, 30 i 31 do naczynia 10 napełnionego czterochlorkiem węgla i umieszczonego w kąpielii wodnej 11, której temperaturę



wskazuje termometr 12. Przepływający przez naczynie 10 strumień powietrza porywa pary czterochlorku węgla i przechodzi do mieszalnika 7, w którym ulega wymieszaniu z głównym strumieniem powietrza. Natężenie przepływu strumienia powietrza reguluje się za pomocą kurków dwudrożnych 13 i 21.

Nadmiar powietrza podawanego przez pompę wypuszcza się do atmosfery z trójnika 3 za pomocą zacisku Hoffmana 6 umieszczonego na rurce gumowej. Natężenie przepływu dodatkowego strumienia powietrza kierowanego do naczynia z czterochlorkiem węgla określa się za pomocą wyskalowanego reometru 5 z odpowiednio dobraną kapilarą 4.

Po wymieszaniu się obu strumieni powietrza i powietrza zmieszanego z parami czterochlorku węgla w mieszalniku 7, mieszanina przechodzi przez reometr 8, kontrolujący natężenie jej przepływu, regulowanego za pomocą kurka 9 i zacisku Hoffmana 6.

Ustalona w ten sposób ilość mieszaniny powietrza z parami czterochlorku węgla zostaje skierowana przez kurek trójdrożny 14 do rurki pomiarowej 15 wypełnionej badanym sorbentem węglowym.

Po zaadsorbowaniu czterochlorku węgla przez warstwę sorbentu węglowego powietrze przepływa przez kurek trójdrożny 20 przez rurkę kwarcową umieszczoną w piecu rurowym 32 ogrzanym do temperatury  $850 \pm 20^\circ\text{C}$  do płuczki 16 wypełnionej wskaźnikiem, skąd przez kurek dwudrożny 18 dostaje się do pochłaniacza 17 wypełnionego węglem aktywnym.

**5.4.8.5. Skalowanie (cechowanie) reometrów** polega na pomiarze różnicy wysokości słupa cieczy reometrycznej w zależności od natężenia przepływu powietrza przez kapilarę.

Skalowanie należy wykonywać za pomocą dokładnego i zalegalizowanego rotametu, dopuszcza się stosowanie butli Mariotta albo gazomierza laboratoryjnego o dokładności wskazań  $0,01 \text{ dm}^3/\text{min}$ . W czasie skalowania należy zachować następujące warunki:

— Skalowanie reometrów powinno odbywać się na zestawionym aparacie, przy czym reometr albo gazomierz powinien być podłączony na wylocie pochłaniacza 17.

— Temperatura przepływająca przez kapilarę reometru powietrza i temperatura otoczenia powinny być jednakowe i wynosić  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

— Pomiar przepływającego powietrza należy wykonać co najmniej dwukrotnie dla każdego punktu pomiaru, których powinno być co najmniej 5.

— Wyniki skalowania należy przedstawić graficznie na papierze milimetrowym; na osi rzęd-

nych umieścić ilość przepływającego powietrza w  $\text{dm}^3/\text{min}$ , na osi odciętych różnicę poziomów słupa cieczy reometrycznej w mm.

— Jako ciecz reometryczną należy stosować kwas siarkowy (1,25) zabarwiony 3 ÷ 5 kroplami oranżu metylowego lub naftą (w przypadku badań z amoniakiem).

— Różnica poziomów cieczy reometrycznej, przy natężeniu przepływu właściwym dla danej rurki pomiarowej, powinna wynosić nie mniej niż 80 mm i nie więcej niż 220 mm.

Po osiągnięciu powtarzających się wyników należy sporządzić metrykę aparatu zawierającą:

a) powierzchnię przekroju rurki pomiarowej w  $\text{cm}^2$ ,

b) właściwą dla danej rurki pomiarowej ilość powietrza w  $\text{dm}^3/\text{min}$  określoną wg wzoru (3),

c) różnicę poziomów słupa cieczy

— w reometrze 8 właściwą dla osiągnięcia natężenia przepływu mieszaniny powietrza i par czterochlorku węgla (zgodnie z wykresem),

— w reometrze 8 właściwą dla osiągnięcia natężenia par czterochlorku węgla w mieszaninie w granicach  $32 \pm 2 \text{ mg}/\text{dm}^3$ .

Do metryki należy dołączyć wykresy skalowania reometrów. Skalowanie należy przeprowadzać co najmniej raz w miesiącu nanosząc odpowiednie poprawki na wykresach i w metryce.

**5.4.8.6. Wykonanie oznaczania.** Przed wykonaniem oznaczania należy sprawdzić szczelność połączeń. Następnie uruchomić dopływ powietrza z pompy. Wielkość przepływu powietrza należy uregulować za pomocą zacisku Hoffmana 6 oraz kurków dwudrożnych 9 i 13 w taki sposób, aby ilość mieszaniny na reometr 8 wynosiła dokładnie  $0,5 \text{ dm}^3/(\text{cm}^2 \cdot \text{min})$  przekroju rurki pomiarowej.

Mieszaninę powietrza i czterochlorku węgla należy skierować za pomocą kurka trójdrożnego 14 bezpośrednio do pochłaniacza 17. Rurkę pomiarową należy napełnić badanym sorbentem węglowym. Napełnienie wykonać porcjami po około  $3 \text{ cm}^3$  do uprzednio zważonej rurki pomiarowej utrząsając jednocześnie warstwę za pomocą uderzeń gumowego młotka po zewnętrznych ściankach rurki. Napełnioną do wysokości 5 cm rurkę należy zważyć z dokładnością do 0,01 g. Odważona masa sorbentu węglowego powinna odpowiadać masie nasypowej obliczonej dla danej objętości rurki pomiarowej. Na przykład gęstość nasypowa sorbentu  $x = 500 \text{ g}/\text{dm}^3$ , wymiary rurki pomiarowej  $P = 3,0 \text{ cm}^2$ , wysokość warstwy sorbentu  $h = 5 \text{ cm}$ , co daje:  $V = 5 \cdot 3 = 0,015 \text{ dm}^3$ . Gęstość sorbentu w gramach obliczona z gęstości nasypowej powinna wynosić  $V = 500 \text{ g}/\text{dm}^3 \cdot 0,015 \text{ dm}^3 = 7,5 \text{ g}$ .

Następnie rurkę pomiarową należy wstawić do aparatu. Po przekręceniu kurka trójdrożnego 14



przepuszczać mieszaninę par czterochlorku węgla i powietrza przez badany sorbent uruchamiając jednocześnie sekundomierz. Po włączeniu rurki do aparatu należy natychmiast uregulować przepływy mieszaniny powietrza i par czterochlorku węgla, po czym ustalić wysokość słupa cieczy reometrycznej na poziomie określonym w metryce aparatu dla każdego reometru oddzielnie.

Czterochlorek węgla z mieszaniny zostaje zaadsorbowany przez węgiel, a czyste powietrze przepływa przez rurki kwarcowe umieszczone w piecu rurowym ogrzany do temperatury  $850 \pm 20^\circ\text{C}$  oraz przez płuczkę 16 napełnioną wskaźnikiem, z chwilą pojawienia się za warstwą węgla par czterochlorku węgla następuje zmętnienie wskaźnika, co oznacza koniec pomiaru. Wówczas należy przekręcić kurek trójdrożny 14 i skierować mieszaninę powietrza i par czterochlorku węgla do pochłaniacza 17 jednocześnie wyłączając sekundomierz.

Z ubytku masy czterochlorku węgla w naczyniu 10 należy obliczyć stężenie czterochlorku w mieszaninie wg wzoru (4).

Jeżeli rzeczywiste stężenie par czterochlorku węgla z powietrzem różni się od ustalonego w warunkach badania ( $32 \text{ mg/dm}^3$ ), do otrzymanego wyniku należy wprowadzić poprawkę wg wzoru

$$T_o = \frac{T \cdot C}{C_o} \quad (5)$$

w którym:

$T_o$  — właściwy czas oznaczający aktywność dynamiczną, min,

$T$  — czas zanotowany w czasie pomiaru, min,

$C_o$  — właściwe stężenie par czterochlorku węgla ( $32 \text{ mg/dm}^3$ ),

$C$  — stężenie uzyskane w czasie pomiaru,  $\text{mg/dm}^3$ .

**5.4.8.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch pomiarów, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.9. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do chloru**

#### 5.4.9.1. Aparatura i przyrządy

a) Aparat wg rysunku.

b) Reduktor.

#### 5.4.9.2. Odczynniki

a) o-Tolidyna — roztwór 0,1-procentowy w 0,1N roztworze HCl.

b) Jodek potasowy cz.d.a. — roztwór 4-procentowy.

c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a. — roztwór 0,1N.

d) Skrobia rozpuszczalna — roztwór 0,5-procentowy.

e) Chlor ciekły.

**5.4.9.3. Warunki oznaczania — zgodnie z 5.4.8.3** przy stężeniu chloru w mieszaninie z powietrzem  $14,8 \pm 0,4 \text{ mg/dm}^3$ .

Stężenie chloru w mieszaninie z powietrzem oznacza się metodą miareczkową, jodometrycznie. W tym celu przez połączone szeregowo dwie płuczki, napełnione po  $25 \text{ cm}^3$  roztworem jodku potasowego, przepuszcza się w ciągu 10 min strumień mieszaniny powietrzno-gazowej o natężeniu  $0,1 \text{ dm}^3/\text{min}$ , co mierzy się dodatkowym reometrem podłączonym do kurka trójdrożnego 33, aparatu wg rysunku. Po ukończeniu przepuszczania mieszaniny zawartość płuczek przenosi się do kolby stożkowej pojemności  $300 \text{ cm}^3$ , a wydzielony jod odmiareczkuje się w obecności skrobi 0,1N roztworem tiosiarczanu sodowego.

Stężenie chloru  $C$  w  $\text{mg/dm}^3$  należy obliczyć wg wzoru

$$C = \frac{a \cdot 3,546}{V} \quad (6)$$

w którym:

$a$  — objętość ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta na miareczkowanie,  $\text{cm}^3$ ,

3,546 — ilość chloru odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  ściśle 0,1N roztworu tiosiarczanu sodowego, mg,

$V$  — objętość przepuszczonej przez płuczki mieszaniny powietrzno-gazowej,  $\text{dm}^3$ .

**5.4.9.4. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie wykonuje się podobnie jak oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do czterochlorku węgla. Zasadnicza różnica polega na tym, że z butli z chlorem za pośrednictwem reduktora dozuje się chlor bezpośrednio do mieszalnika 7, gdzie zostaje on zmieszany z powietrzem. Ilość chloru w mieszaninie z powietrzem potrzebna do uzyskania odpowiedniego stężenia regulowana jest kurkiem 13 i reometrem 5 o odpowiednio dobranej kapilarze 4, o przekroju poniżej  $0,1 \text{ mm}^2$ . Reometr 4 powinien być połączony rurką szklaną z mieszalnikiem 7. Czas w minutach mierzony od momentu przepuszczania mieszaniny powietrza i chloru przez rurkę pomiarową 15 z badanym sorbentem węglowym do momentu przebicia warstwy uwidocznionego zabarwieniem się roztworu o-tolidyny w płuczce na kolor żółty jest miarą aktywności dynamicznej.

Dla uniknięcia wahań w dopływie chloru należy utrzymywać stały poziom cieczy w manostacie 28.

Jeżeli rzeczywiste stężenie chloru w mieszaninie z powietrzem różni się od ustalonego w warunkach badania (tabl. 1 lp. 7b), to do otrzymanego wyniku należy wprowadzić poprawkę wg 5.4.8.6 (wzór 5).



**5.4.9.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.10. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do dwutlenku siarki**

**5.4.10.1. Aparatura i przyrządy**

- Aparat zgodnie z rysunkiem.
- Butla z dwutlenkiem siarki.
- Reduktor.

**5.4.10.2. Odczynniki**

- Jod cz.d.a. — roztwór 0,05N.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a. — roztwór 0,05N.
- Skrobia rozpuszczalna — roztwór 0,5-procentowy.
- Oranz metylowy — roztwór 0,1-procentowy.
- Wskaźnik przebiccia: jodan potasowy 1-procentowy, roztwór zmieszany z 1-procentowym roztworem skrobi w stosunku 1 : 1.

**5.4.10.3. Warunki oznaczania** — zgodnie z 5.4.9.3 przy stężeniu dwutlenku siarki w mieszaninie z powietrzem  $13,3 \pm 0,2$  mg/dm<sup>3</sup>.

Stężenie dwutlenku siarki w mieszaninie z powietrzem określa się metodą miareczkową, jodometrycznie. W tym celu przez połączone szeregowo dwie płuczki napełnione po 25 cm<sup>3</sup> 0,05N roztworu jodu przepuszcza się w ciągu 10 min strumień mieszaniny powietrzno-gazowej o natężeniu 0,1 dm<sup>3</sup>/min, co mierzy się dodatkowym reometrem podłączonym do kurka trójdrożnego 33 aparatu wg rysunku. Po ukończeniu przepuszczania mieszaniny zawartość płuczki przenosi się do kolby stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, a nadmiar jodu odmiareczkuje się 0,05N roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności 0,5-procentowego roztworu skrobi.

Stężenie dwutlenku siarki  $C$  w mg/dm<sup>3</sup> należy obliczyć wg wzoru

$$C = \frac{(a - b) \cdot 1,6}{V} \quad (7)$$

w którym:

- objętość ściśle 0,05N roztworu jodu użyta do reakcji, cm<sup>3</sup>,
- objętość ściśle 0,05N roztworu jodu zużyta na miareczkowanie, cm<sup>3</sup>,
- 1,6 — ilość dwutlenku siarki, odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,05N roztworu jodu, mg,
- $V$  — objętość przepuszczonej przez płuczki mieszaniny powietrzno-gazowej, dm<sup>3</sup>.

**5.4.10.4. Wykonanie oznaczania** — zgodnie z 5.4.9.4 z tą różnicą, iż dozuje się z butli dwutlenek siarki, a moment przebiccia indykuje się za pomocą wskaźnika przebiccia przygotowanego wg 5.4.10.2 e).

**5.4.10.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch

oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.11. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do cyjanowodoru**

**5.4.11.1. Aparatura i przyrządy** — aparat wg rysunku.

**5.4.11.2. Odczynniki**

- Cyjanowodór.
- Wskaźnik przebiccia: 0,5 g benzydyny rozpuścić w 250 cm<sup>3</sup> wody destylowanej ogrzanej do temperatury  $85 \div 90^\circ\text{C}$ , po czym odfiltrować na gorąco. Do odfiltrowanego roztworu należy dodać 10 cm<sup>3</sup> 3-procentowego roztworu octanu miedzi i 40 cm<sup>3</sup> 50-procentowego kwasu octowego. Wskaźnik w ilości 3 ÷ 4 kropel dodaje się do wody destylowanej napełniając płuczki.

**5.4.11.3. Warunki oznaczania** — zgodnie z 5.4.8.3 przy stężeniu cyjanowodoru w mieszaninie z powietrzem  $5,6 \pm 2$  mg/dm<sup>3</sup> i temperaturze  $15^\circ\text{C}$  wskazań termometru 12 aparatu wg rysunku.

**5.4.11.4. Wykonanie oznaczania** — zgodnie z 5.4.8 używając do mieszaniny powietrzno-gazowej cyjanowodoru umieszczonego w naczyniu 20. Czas mierzony w minutach od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrza z parami cyjanowodoru przez rurkę pomiarową do momentu przebiccia warstwy sorbentu węglowego uwidocznionego zabarwieniem wskaźników w płuczce 16 na kolor niebieski jest wynikiem aktywności dynamicznej w stosunku do cyjanowodoru.

**5.4.11.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.12. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do benzenu**

**5.4.12.1. Aparatura i przyrządy**

- Aparat zgodnie z rysunkiem.
- Pompa próżniowa.

**5.4.12.2. Odczynniki**

- Benzen cz.d.a.
- Wskaźnik do wykrywania benzenu: 2 g suchego azotynu sodowego wsypać do 100 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) i wstrząsać aż do całkowitego wymieszania się. Wskaźnik jest bezbarwną cieczą. Wskaźnik może być używany w ciągu 24 h po sporządzeniu.

**5.4.12.3. Warunki oznaczania** — zgodnie z 5.4.8.3 przy stężeniu par benzenu w mieszaninie z powietrzem  $18 \pm 0,2$  mg/dm<sup>3</sup>.

**5.4.12.4. Wykonanie oznaczania** — zgodnie z 5.4.8. Naczynie 10 napełnia się benzenem, a czas mierzony w minutach od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrza z parami benzenu przez rurkę pomiarową do momentu



przebiecia warstwy sorbentu węglowego uwidocznionego zabarwieniem wskaźnika przebiecia w płuczce 16 na kolor żółty jest wynikiem aktywności dynamicznej w stosunku do benzenu.

**5.4.12.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.13. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do chloropikryny**

**5.4.13.1. Aparatura i przyrządy**

- a) Aparat wg rysunku wraz z piecem rurowym i rurkami kwarcowymi.
- b) Pompa próżniowa.

**5.4.13.2. Odczynniki**

- a) Chloropikryna cz.
- b) Jodek potasowy — roztwór 4-procentowy.
- c) Skrobia rozpuszczalna — roztwór 0,5-procentowy.

**5.4.13.3. Warunki oznaczania** — zgodnie z 5.4.8.3 przy stężeniu  $10 \pm 0,1$  mg/dm<sup>3</sup>:

- temperatura rozkładu chloropikryny  $850 \pm 20^\circ\text{C}$ ,
- temperatura w naczyniu 11 mierzona termometrem 12,  $30 \pm 2^\circ\text{C}$ .

**5.4.13.4. Wykonanie oznaczania** — zgodnie z 5.4.8. Naczynie 10 napełnia się chloropikryną, a czas mierzony w minutach od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrza z parami chloropikryny przez rurkę pomiarową do momentu przebiecia warstwy sorbentu uwidocznionego zabarwieniem wskaźnika przebiecia w płuczce 16 na kolor niebieski jest wynikiem aktywności dynamicznej.

**5.4.13.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.14. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do chlorku etylu**

**5.4.14.1. Aparatura i przyrządy**

- a) Aparat wg rysunku z piecem rurowym i rurkami kwarcowymi.
- b) Pompa próżniowa.

**5.4.14.2. Odczynniki**

- a) Chlorek etylu cz.d.a.
- b) Azotan srebra cz.d.a. — roztwór 0,01N.
- c) Rodanek amonowy cz.d.a. — roztwór 0,01N.
- d) Azotan srebra cz.d.a. — roztwór 0,5-procentowy.

e) Nasycony roztwór siarczanu żelazowo-amonowego przygotowany następująco: w 1 dm<sup>3</sup> wody ogrzanej do wrzenia należy rozpuścić 500 g sproszkowanego siarczanu żelazowo-amonowego. Roztwór należy odstawić do oziębienia, po czym odsączyć od powstałych kryształów. Przesącz należy

zakwasić wygotowanym stężonym kwasem azotowym do zaniku brunatnego zabarwienia.

**5.4.14.3. Warunki oznaczania** — zgodnie z 5.4.8.3 przy stężeniu chlorku etylu w mieszaninie z powietrzem  $5 \pm 0,5$  mg/dm<sup>3</sup>.

Stężenie chlorku etylu w mieszaninie powietrzno-parowej oznacza się metodą miareczkową, argentometryczną. W tym celu przez połączone z rurką kwarcową szeregowo dwie płuczki napełnione po 50 cm<sup>3</sup> roztworem 0,01N azotanu srebra przepuszcza się w ciągu 10 min strumień mieszaniny z parami chlorku etylu, po przepuszczeniu go przez piec rurowy ogrzany do temperatury  $850 \pm 20^\circ\text{C}$ . Strumień mieszaniny powietrzno-parowej o natężeniu 0,1 dm<sup>3</sup>/min skierowanej na płuczki mierzy się dodatkowym reometrem podłączonym do płuczek. Po przepuszczeniu mieszaniny zawartość płuczek przenosi się do kolby stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>, a nadmiar roztworu azotanu srebra odmiareczkuje się 0,01N roztworem rodanku amonowego w obecności  $2 \div 3$  cm<sup>3</sup> nasyconego roztworu siarczanu żelazowo-amonowego do pojawienia się różowego zabarwienia.

Stężenie chlorku etylu  $C$  w mg/dm<sup>3</sup> należy obliczyć wg wzoru

$$C = \frac{(a - b) \cdot 0,6452}{V} \quad (8)$$

w którym:

- $a$  — objętość ściśle 0,01N roztworu azotanu srebra użyta do reakcji, cm<sup>3</sup>,
- $b$  — objętość ściśle 0,01N roztworu rodanku amonowego zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- 0,6452 — ilość chlorku etylu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,01N roztworu azotanu srebra, mg,
- $V$  — objętość przepuszczonej przez płuczki mieszaniny powietrzno-parowej, dm<sup>3</sup>.

**5.4.14.4. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie wykonuje się zgodnie z 5.4.8. Zasadnicza różnica polega na tym, że zamiast naczynia 10 z czterochlorkiem węgla, ponad którym przepływa pewna ilość powietrza regulowana reometrem 5, instaluje się ampułkę z chlorkiem etylu cz.d.a., którego pary kierowane są do mieszalnika 7, gdzie zostają zmieszane z powietrzem. Ilość chlorku etylu potrzebna do uzyskania odpowiedniego stężenia w mieszaninie z powietrzem regulowana jest kurkiem 13 i reometrem 5. Kurek 13 i reometr 5 umieszczone są między ampułką z chlorkiem etylu a mieszalnikiem 7. Ampułkę z chlorkiem etylu umieszcza się w termostacie z wodą, której temperaturę reguluje się tak, aby utrzymać stałe ciśnienie par chlorku etylu w ampułce. Dla uniknięcia wahań w dopływie par chlorku etylu do mieszalnika 7 należy między ampułką a kranem 13 umieścić rurkę manostatyczną z rtęcią.



Dla oznaczania stężenia chlorku etylu w mieszaninie z powietrzem, a także do określenia momentu przebicia warstwy badanego sorbentu węglowego, należy chlorek etylu rozłożyć w temperaturze  $850 \pm 20^\circ\text{C}$  przepuszczając jego pary przez rurki kwarcowe długości  $25 \div 30$  cm umieszczone w piecu rurowym połączone z jednej strony z wylotami rurek pomiarowych, a z drugiej strony z płuczkami z 0,5-procentowym roztworem azotanu srebra; czas mierzony w minutach od momentu przepuszczenia mieszaniny powietrza z chlorkiem etylu przez rurkę pomiarową do momentu przebicia warstwy sorbentu węglowego uwidocznionego zmętnieniem wskaźnika w płuczce jest wynikiem aktywności dynamicznej w stosunku do chlorku etylu.

Jeżeli rzeczywiste stężenie chlorku etylu w mieszaninie z powietrzem różni się od ustalonego warunkami badania ( $5 \text{ mg/dm}^3$ ), to do otrzymanego wyniku należy wprowadzić poprawkę wg wzoru (5).

**5.4.14.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości.

**5.4.15. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do amoniaku**

**5.4.15.1. Aparatura i przyrządy**

- a) Aparat wg rysunku.
- b) Pompa próżniowa.

**5.4.15.2. Odczynniki**

- a) Amoniak ciekły.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a. — roztwór 0,1N.
- c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a — roztwór 0,1N.
- d) Fenoloftaleina — roztwór 1-procentowy alkoholowy,
- e) Oranż metylowy.

**5.4.15.3. Warunki oznaczania** — zgodnie z 5.4.8.3. Stężenie amoniaku w mieszaninie z powietrzem powinno wynosić  $10,6 \pm 0,2 \text{ mg/dm}^3$ .

Stężenie amoniaku w mieszaninie z powietrzem określa się metodą miareczkową, alkalimetryczną. W tym celu przez połączone szeregowo płuczki Drechsla napełnione po  $25 \text{ cm}^3$  0,1N roztworem kwasu siarkowego przepuszcza się w ciągu 10 min strumień mieszaniny powietrzno-gazowej o natężeniu przepływu  $0,1 \text{ dm}^3/\text{min}$ , co mierzy się dodatkowym reometrem umocowanym do kurka trójdrożnego 33 (rysunek). Po ukończeniu przepuszczania zawartość płuczek przenosi się do kolby stożkowej pojemności  $300 \text{ cm}^3$ , a nadmiar 0,1N roztworu kwasu siarkowego odmiareczkuje się wobec oranżu metylowego 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego.

Stężenie amoniaku  $C$  w  $\text{mg/dm}^3$  należy obliczyć wg wzoru

$$C = \frac{(a - b) \cdot 1,7}{V} \quad (9)$$

w którym:

- $a$  — objętość ściśle 0,1N roztworu kwasu siarkowego użyta do reakcji,  $\text{cm}^3$ ,
- $b$  — objętość ściśle 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego zużyta do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,
- 1,7 — ilość amoniaku odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  0,1N roztworu kwasu siarkowego, mg,
- $V$  — objętość mieszaniny powietrzno-gazowej przepuszczonej przez płuczki,  $\text{dm}^3$ .

**5.4.15.4. Wykonanie oznaczania** — zgodnie z 5.4.9.4. Amoniak do mieszalnika 7 dozuje się poprzez reduktor z butli z amoniakiem. Ciecz w manostacie 28 aparatury wg rysunku stanowi woda amoniakalna, a ciecz reometryczną stanowi nafta. Czas mierzony w minutach od momentu przepuszczania mieszaniny powietrza i amoniaku o określonym stężeniu przez rurkę pomiarową 15 z badanym sorbentem do momentu przebicia uwidocznionego zabarwieniem się wody destylowanej z kilkoma kroplami fenoloftaleiny w płuczce 16 na kolor fioletowy jest wynikiem aktywności dynamicznej.

**5.4.15.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

**5.4.16. Oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do par rtęci**

**5.4.16.1. Aparatura i przyrządy.** Oznaczanie wykonuje się na aparaturze wg rysunku. Zasadnicza różnica wobec poprzednich oznaczeń polega na tym, że rurka w naczyniu 10 musi być zanurzona w rtęci, a temperatura w kąpielu w naczyniu 11 wskazywana przez termometr 12 powinna wynosić  $70^\circ\text{C}$ . Na drodze od kurka 31 do mieszalnika 7 należy umieścić naczynie do zatrzymania kropel rtęci wg PN-74/C-97554.

**5.4.16.2 Odczynniki**

a) Roztwór pochłaniający: w  $100 \text{ cm}^3$  wody destylowanej rozpuszcza się  $1,2 \text{ g}$  jodu resublimowanego i  $15 \text{ g}$  jodku potasowego czystego.

b) Roztwór wzorcowy zawierający  $0,1 \text{ mg}$  rtęci w  $1 \text{ cm}^3$  roztworu. Wykonanie: odważa się  $0,0677 \text{ g}$  chlorku rtęciowego i rozpuszcza w kolbie pomiarowej dopełniając do  $500 \text{ cm}^3$  roztworem pochłaniającym a).

c) 7-procentowy roztwór chlorku miedziowego.

d) Wodny roztwór siarczynu sodowego 3-procentowy, jeżeli  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  jest siedmiowodny lub 15,1-procentowy, jeżeli stosujemy  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  bezwodny.

e) 8-procentowy wodny roztwór kwaśnego węglanu sodowego.



f) Roztwór redukujący: do 15 cm<sup>3</sup> roztworu c) dodaje się małymi porcjami ciągle mieszając 20 cm<sup>3</sup> roztworu d). Po rozpuszczeniu się osadu dodajemy 7,5 cm<sup>3</sup> roztworu e). Otrzymany roztwór należy przesączyć. Przygotowany roztwór nadaje się do użytku tylko przez 24 h od chwili jego przygotowania.

g) Roztwór 0,1N jodu resublimowanego w 4-procentowym jodku potasowym.

h) Wskaźnik przebicia: 100 cm<sup>3</sup> roztworu 10-procentowego jodku potasowego miesza się ze 100 cm<sup>3</sup> 10-procentowego wodnego roztworu siarczynu miedziowego uwodnionego. Powstały osad odsącza się na lejku Buchnera, przemywa kilkakrotnie wodą destylowaną, a następnie 10-procentowym roztworem siarczynu sodowego aż do odbarwienia i ponownie wodą. Tak przemyty osad zbiera się z sączka i dodaje 1 kroplę kwasu azotowego i miesza z 96-procentowym alkoholem etylowym do konsystencji pasty. Następnie dodaje się około 5 g żelu krzemowego szybko mieszając. Sporządzony indykator suszy się w suszarce w temperaturze 50 ÷ 60°C. Indykator przechowywany w ciemnej butelce może być używany w ciągu 7 ÷ 10 dni.

**5.4.16.3. Warunki oznaczania** jak w 5.4.8.3 przy stężeniu par rtęci w mieszaninie powietrzno-parowej 0,0152 mg/dm<sup>3</sup>.

Oznaczanie stężenia par rtęci w mieszaninie z powietrzem wykonuje się metodą kolorymetryczną przez porównanie z wzorcami. W tym celu przez 2 płuczki połączone szeregowo zawierające po 4 cm<sup>3</sup> roztworu pochłaniającego przepuszcza się 0,8 cm<sup>3</sup>/min mieszaniny powietrzno-parowej przez 10 min, po uprzednim sprawdzeniu wskaźnikiem obecności par rtęci u wylotu kurka 33, z którego pobiera się próbki do analizy stężenia. Równocześnie sporządza się w siedmiu probówkach kolorymetrycznych skalę wzorcową, nalewając do poszczególnych probówek roztwór b) w następujących ilościach wg tabl. 2.

Tablica 2

Nr próbki	1	2	3	4	5	6	7
Ilość, cm <sup>3</sup>	0,0	0,9	1,0	1,1	1,2	1,3	1,4
Co odpowiada wg par rtęci	0,0	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14

Wszystkie próbki dopełnia się roztworem a) do 4 cm<sup>3</sup>. Po 10 min przepuszczenia mieszaniny powietrzno-parowej odłącza się płuczki od aparatu, wyjmując wewnętrzne ich części i ustawia w stojaku łącznie z probówkami. Zabarwienie roztworu w płuczkach może być po pobraniu próbek nieco jaśniejsze na skutek utleniania się

jodu. Należy więc wkropić do tych probówek roztwór g) aż do zrównania się zabarwienia roztworu w płuczkach i probówkach skali. Porównanie należy przeprowadzić na białym tle.

Następnie dodaje się do płuczek i do skali wzorców mikrobiuretką po 1,6 cm<sup>3</sup> roztworu redukującego f), wytrąca zawartość płuczek i probówek i odstawia na 15 min do opadnięcia barwnego osadu. Po upływie tego czasu porównuje się osad w płuczce pierwszej ze skalą wzorcową. Zabarwienie osadu w płuczce drugiej powinno być białe tzn. takie jak w próbce pierwszej. W przypadku gdyby osad w płuczce drugiej był zabarwiony, należy sporządzić odpowiednio słabszą skalę posługując się tymi samymi roztworami i porównać zabarwienie osadu w drugiej płuczce z nową skalą.

Obliczenia koncentracji  $C$  w mg/dm<sup>3</sup> dokonuje się wg wzoru

$$C = \frac{a + al}{V} \quad (10)$$

w którym:

- $a$  — ilość rtęci wykryta w płuczce pierwszej, mg,
- $al$  — ilość rtęci wykryta w płuczce drugiej, mg,
- $V$  — objętość mieszaniny powietrzno-gazowej przepuszczonej przez płuczki, dm<sup>3</sup>.

Wykonać należy co najmniej dwa oznaczenia. Różnica w oznaczeniach nie powinna być większa niż 10%. Za wynik ostateczny przyjmuje się średnią arytmetyczną.

**5.4.16.4. Wykonanie oznaczania.** Oznaczanie wykonuje się jak oznaczanie aktywności dynamicznej w stosunku do czterochloru węgla. Ponieważ proszek jest wskaźnikiem przebicia, należy przygotować odpowiednie naczynka indykacyjne. Na porowate dno wkładamy tamponik z waty, a następnie na watę наносimy warstwę około 1 mm wskaźnika.

Czas w minutach mierzony od momentu rozpoczęcia przepuszczania mieszaniny powietrzno-parowej przez rurkę z sorbentem par rtęci do momentu przebicia warstwy węgla uwidocznionego zmianą barwy wskaźnika z białego na różowy i zmniejszony o 4 h jest wynikiem aktywności dynamicznej w stosunku do par rtęci.

Czas 240 min, o który należy zmniejszyć aktywność dynamiczną, wynika z czułości wskaźnika, który barwi się po 240 min przy przepuszczaniu mieszaniny zawierającej pary rtęci o stężeniu równym NDS, tzn. 0,00001 mg/dm<sup>3</sup>.

**5.4.16.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości mniejszej.

Dopuszcza się badanie bez stwierdzenia przebicia pod warunkiem, aby czas całego badania pro-



wadzonego bez przerw nie był mniejszy niż 840 min.

#### 5.4.17. Oznaczanie ścieralności

##### 5.4.17.1. Przyrządy

a) Wstrząsarka laboratoryjna poruszana silnikiem elektrycznym przez mimośród o wykorbieniu 25 mm powodujący ruch kołowy w płaszczyźnie poziomej o  $150 \pm 5$  obr/min.

b) Sita laboratoryjne z blachy dziurkowanej o oczkach okrągłych w zestawie 3,6; 2,2; 1,5 i 1,0 mm.

**5.4.17.2. Wykonanie oznaczania.** Odważkę 100 g sorbentu węglowego uprzednio odsianego ręcznie na sicie dziurkowanym o oczkach okrągłych, o wymiarach 1,0 mm, umieścić należy na sicie. Zestaw wraz z odważką wstawić na wstrząsarkę laboratoryjną i uruchomić na

30 min. Po upływie tego czasu pozostałe granulki na sicie o wymiarach 1,0 mm zważyć z dokładnością 0,01 g.

Ścieralność  $X_1$  w procentach należy obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1} \quad (11)$$

w którym:

$m_1$  — masa sorbentu przed oznaczaniem ścieralności, g,

$m_2$  — masa sorbentu po oznaczeniu ścieralności, g.

**5.4.17.3. Wynik.** Za wynik przyjmuje się średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wyniku mniejszego.

KONIEC

#### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych w Warszawie.

##### 2. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-74/C-97554 Węgiel aktywny formowany

PN-75/C-97551 Węgla aktywne odbarwiający

PN-75/O-79601 Opakowania transportowe metalowe. Bębny. Ogólne wymagania i badania

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

**3. Symbol wyrobu wg SWW** — 1249-48.

**4. Autorzy projektu normy** — dr inż. Danuta Grzywaczewska — Fabryka Sprzętu Ratunkowego i Lamp Górniczych „Faser” w Tarnowskich Górach, Tatiana Pyra — Hajnowskie Przedsiębiorstwo Suche Destylacji Drewna w Hajnówce, inż. Jan Matysiak — Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych w Warszawie.

#### ERRATA do BN-79/6081-08

str.	Lam	Wiersz	Jest	Powinno być
7	prawy	16 od góry	napelniając	napelniającej