

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla w gazach szlachetnych.

1.2. Zakres stosowania. Normę należy stosować do oznaczania zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla w granicach 0,0005 ÷ 0,005% objętościowych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Węglowodory i dwutlenek węgla adsorbują się na żelu krzemionkowym oziębionym mieszaniną stałego dwutlenku węgla i acetonu, następnie desorbują przez ogrzanie żelu i przeprowadza przez płuczkę zawierającą roztwór wodorotlenku barowego w celu zaabsorbowania dwutlenku węgla, który oznacza się odmiareczkując nadmiar wodorotlenku kwasem solnym. Węglowodory przepuszcza się przez ogrzany tlenek miedziowy w celu ich utlenienia do dwutlenku węgla, który oznacza się w płuczce z mianowanym roztworem wodorotlenku barowego.

2.2. Aparatura. Do oznaczania zawartości węglowodorów i dwutlenku węgla w gazach szlachetnych należy stosować zestaw wg rys. 3 składający się z:

- wyrównywacza ciśnienia 2,
- adsorbena 3 umieszczonego w naczyniu Dewara; wymiary adsorbena wg rys. 1,

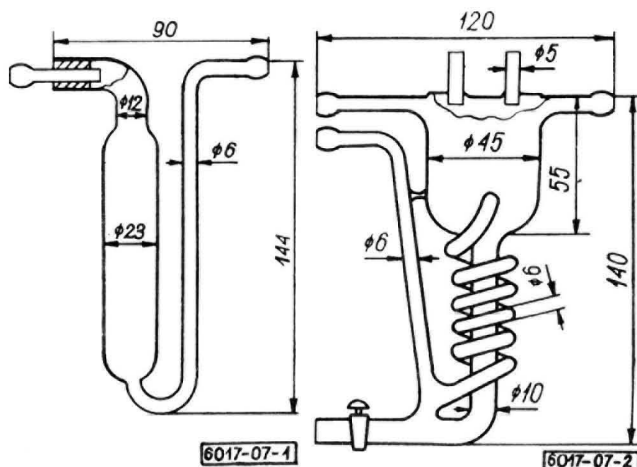
c) dwu spiralnych płuczek 4 i 6; wymiary płuczek wg rys. 2,

d) pieca silitowego rurowego 5, typu PSP-O z szafą sterowniczą,

e) licznika gazu 7,

f) czterech biuret 8 ÷ 11 z automatycznym nastawieniem zera,

g) butli szklanej 1 z wodą destylowaną do płukania spiralnych płuczek.

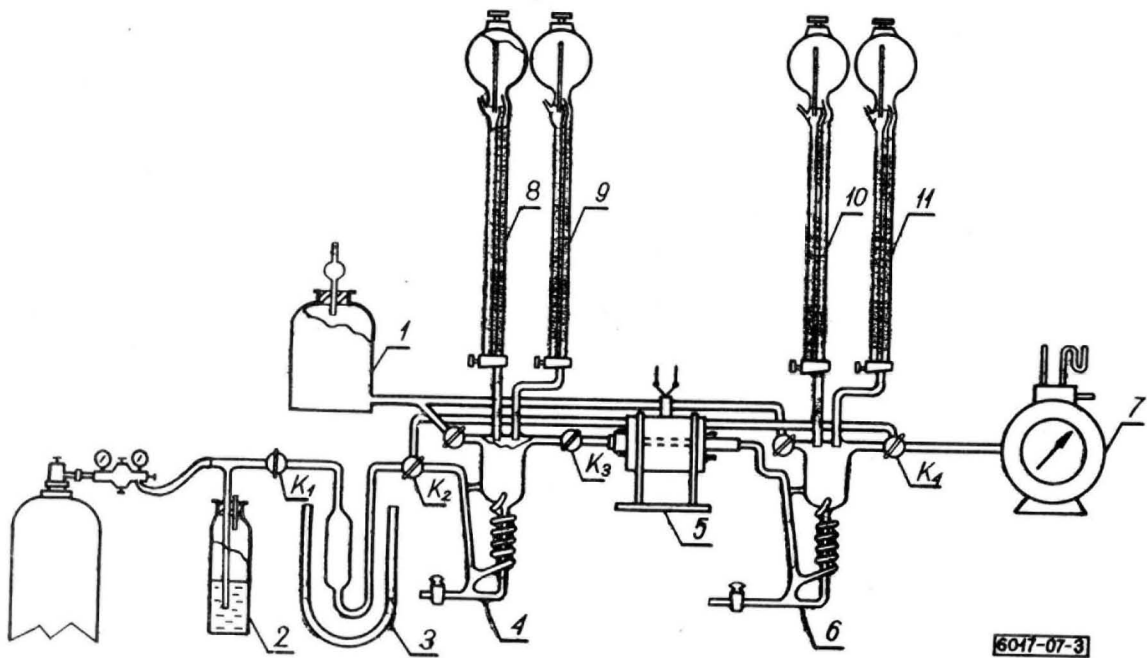


Rys. 1

Rys. 2

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)



Rys. 3

2.3. Odczynniki i roztwory

- Tlenek miedziowy cz. granulowany.
- Żel krzemionkowy cz. suszony w temperaturze 120°C w ciągu 2 h.
- Wodorotlenek barowy cz. d. a., roztwór o $c(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 0,005 \text{ mol/l}$; 0,8569 g wodorotlenku barowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 l w wolnym od dwutlenku węgla roztworze chlorku barowego 1% (m/m), dodać 1 ml alkoholowego roztworu fenoloftaleiny 0,1% (m/m) i dopełnić roztworem chlorku barowego do kreski. Roztwór wodorotlenku barowego chronić od światła i dwutlenku węgla.
- Kwas solny cz. d. a., roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$.
- Fenoloftaleina cz. d. a., roztwór alkoholowy 0,1% (m/m).
- Stały dwutlenek węgla techniczny.
- Aceton bezwodny techniczny.

2.4. Przygotowanie aparatu do oznaczania. Poszczególne elementy aparatury należy zestawić wg rys. 3. Szlify kurków szklanych K_1 , K_3 , K_4 należy uszczelnić olejem silikonowym o dużej gęstości. Szlif kurka szklanego K_2 należy uszczelnić grafitem. Wyrównywacz ciśnienia 2 napełnić rtęcią do połowy pojemności. Adsorber 3 napełnić żel krzemionkowym wysuszonym w temperaturze 120°C . Rurę porcelanową pieca elektrycznego 5 napełnić granulowanym tlenkiem miedziowym na długości strefy ogrzewanej. Rurę zatkać z obydwu stron siatką miedzianą, zamknąć korkami gumowymi z osadzonymi rurkami szklanymi. Obie płuczki spiralne przepłukać dwukrotnie wodą destylowaną. Biurety 8 i 10 napełnić roztworem wodorotlenku barowego, a 9 i 11 – roztworem kwasu solnego. Przed przystą-

pieniem do oznaczania przepłukać aparaturę w ciągu 2 ± 3 min badanym gazem.

2.5. Wykonanie oznaczania. Płuczki spiralne 4 i 6 przy pomocy biurety 8 i 10 napełnić roztworem wodorotlenku barowego w ilości po 15 ml, włączyć piec elektryczny 5 i doprowadzić temperaturę do $850 \pm 20^{\circ}\text{C}$, kurki K_2 i K_4 przekręcić w położenie umożliwiające przepływ gazu boczną rurką bezpośrednio do licznika gazu. Naczynie Dewara, w którym umieszczony jest adsorber, napełnić stałym dwutlenkiem węgla i acetonem. Zanotować stan licznika gazu. Otworzyć powoli zawór butli, po czym powoli dokręcić śrubę stawidłową reduktora aż do uzyskania przepływu gazu w ilości 1 l/min. Przez adsorber należy przepuścić, w zależności od spodziewanej ilości węglowodorów, od 10 ± 20 l badanego gazu. Zamknąć zawór butli i zwolnić śrubę stawidłową reduktora. Następnie zamknąć kurek K_1 , a kurki K_2 , K_3 i K_4 ustawić w położeniu umożliwiającym przepływ gazu przez spiralne płuczki i piec elektryczny. Odstawić naczynie Dewara z mieszaniną oziębiającą. Po zniknięciu szronu z powierzchni adsorbera, adsorber zanurzyć w wodzie o temperaturze 80°C . Następnie przepłukać go 300 ml badanego gazu przepuszczanego z prędkością 50 ml/min. Zanotować stan licznika gazu, po czym śrubą stawidłową wyregulować reduktor tak, aby przez płuczkę 6 przechodził gaz z szybkością 2 baniek na 1 s. Roztwory w płuczkach 4 i 6 miareczkować roztworem kwasu solnego, aż do zaniku barwy fenoloftaleiny.

2.6. Obliczanie wyników

2.6.1. Zawartość węglowodorów (X_1) w przeliczeniu na metan obliczać w procentach objętościowych wg wzoru

$$X_1 = \frac{(a - b) \cdot 0,112 \cdot 100}{V_0} \quad (1)$$

w którym:

- a - objętość wodorotlenku barowego o $c(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 0,005 \text{ mol/l}$ w płuczce 6, ml,
 b - objętość kwasu solnego roztworu o $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$ zużytego do odmiareczkowania nadmiaru wodorotlenku barowego w płuczce 6, ml,
 0,112 - ilość węglowodorów w przeliczeniu na metan odpowiadająca 1 ml wodorotlenku barowego roztworu o $c(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 0,005 \text{ mol/l}$, ml,
 V_0 - objętość badanego gazu w ml sprowadzona do 0°C i 101,3 kPa wg wzoru

$$V_0 = (V_2 - V_1) \cdot E \quad (2)$$

w którym:

- V_1 - stan licznika gazu przed pomiarem,
 V_2 - stan licznika gazu po pomiarze,
 E - współczynnik sprowadzający gaz do temperatury 0°C i ciśnienia 101,3 kPa, podany w tablicy. Przy parametrach pośrednich, nie podanych w tablicy,

współczynnik E należy obliczyć przez interpolację.

2.6.2. Zawartość dwutlenku węgla (X_2) obliczać w procentach objętościowych wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a - b) \cdot 0,112 \cdot 100}{V_0} \quad (3)$$

w którym:

- a - objętość wodorotlenku barowego, roztworu o $c(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 0,005 \text{ mol/l}$ w płuczce 4, ml,
 b - objętość kwasu solnego, roztworu o $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$ zużytego do odmiareczkowania nadmiaru wodorotlenku barowego w płuczce 4, ml,
 0,112 - ilość dwutlenku węgla odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku barowego o $c(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 0,005 \text{ mol/l}$, ml,
 V_0 - objętość badanego gazu w ml sprowadzona do temperatury 0°C i ciśnienia 101,3 kPa obliczona wg 2.6.1.

Temperatura badanego gazu, $^\circ\text{C}$	Ciśnienie barometryczne w kPa							
	93,3	94,6	96,0	97,3	98,6	100,0	101,3	102,6
10	0,889	0,901	0,914	0,927	0,939	0,952	0,965	0,977
12	0,882	0,895	0,908	0,920	0,933	0,945	0,958	0,971
14	0,876	0,889	0,901	0,914	0,926	0,939	0,951	0,964
16	0,870	0,883	0,895	0,907	0,920	0,932	0,945	0,957
18	0,864	0,876	0,880	0,901	0,914	0,926	0,938	0,951
20	0,858	0,870	0,883	0,895	0,907	0,920	0,932	0,944
22	0,852	0,865	0,877	0,889	0,901	0,913	0,925	0,938
24	0,847	0,859	0,871	0,887	0,895	0,907	0,919	0,933
26	0,841	0,853	0,865	0,883	0,889	0,901	0,913	0,925
28	0,835	0,847	0,859	0,871	0,883	0,895	0,907	0,919
30	0,830	0,842	0,854	0,865	0,877	0,889	0,901	0,913
32	0,824	0,836	0,848	0,860	0,872	0,883	0,895	0,907
34	0,819	0,831	0,842	0,854	0,866	0,878	0,889	0,901
36	0,816	0,828	0,840	0,851	0,863	0,875	0,886	0,898

2.7. Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

Wydanie 2 - stan aktualny; grudzień 1987; wprowadzono zmianę:

zmiana 1 - Biuletyn PKNMiJ nr 2-3/1985.