

GAZY TECHNICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Gazy szlachetne Oznaczanie zawartości azotu	6017-04
		Grupa katalogowa X 11

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości azotu w gazach szlachetnych metodą interferometryczną.

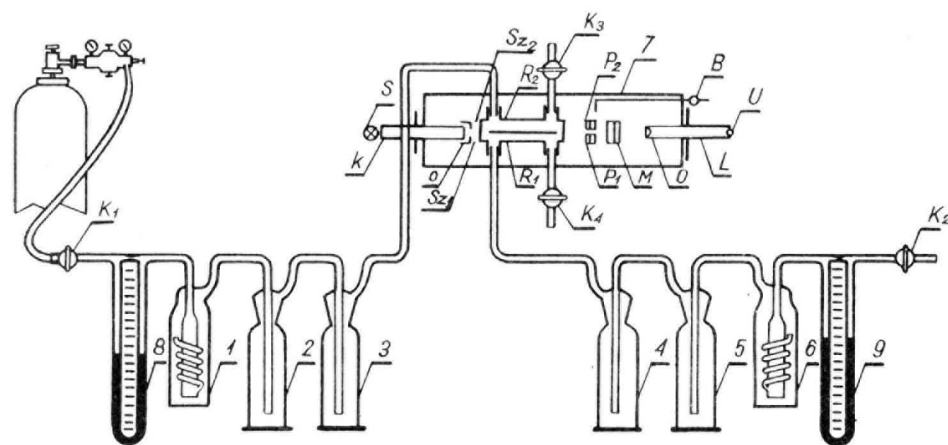
1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować do oznaczania zawartości azotu w granicach od 0,5 do 20% objętościowych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na przeprowadzeniu w interferometrze różnicowego pomiaru współczynników załamania światła badanego gazu oraz gazu nie zawierającego azotu i obliczeniu na podstawie różnicy tych współczynników zawartości azotu w badanym gazie.

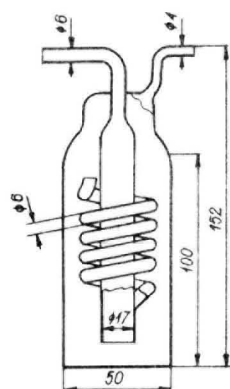
2.2. Aparatura. Do oznaczania zawartości azotu w gazie szlachetnym należy stosować zestaw wg rys. 1, składający się z:

- interferometru 7,
- dwu płuczek spiralnych 1 i 6 o wymiarach wg rys. 2,
- czterech płuczek Dreschla 2 ÷ 5 pojemności 100 cm³ typu wysokiego,
- dwóch manometrów różnicowych 8 i 9.



Rys. 1

6017-04-1



Rys. 2

6017-04-2

2.3. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek potasowy cz., stały.
- Pięciotlenek fosforu cz., stały.
- Błękit metylowy, roztwór 5-procentowy.
- Podsiarczyny sodowy cz., roztwór: 31 g podsiarczyny sodowej i 11,5 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w atmosferze beztlenowej w 180 cm³ wody destylowanej i dodać 10 kropeł 5-procentowego roztworu błękitu metylowego.

2.4. Przygotowanie aparatu do oznaczania. Płuczki spiralne 1 i 6 napełnić do $\frac{2}{3}$ objętości roztworem podsiarczyny sodowej (barwa seledynowa lub niebieska roztworu wskazuje na zużycie reduktora, należy roztwór wymienić).

Płuczki Dreschla 2 i 5 napełnić do $\frac{3}{4}$ objętości granulkami stałego wodorotlenku potasowego, płuczki 3 i 4 napełnić do $\frac{1}{3}$ objętości watą szklaną, a na watę szklaną nasypać warstwę sproszkowanego pięciotlenku fosforu, sięgającą do połowy wysokości. Szlify płuczek posmarować olejem silikonowym o dużej gęstości lub apiezonem. Płuczki, interferometr i manometry różnicowe połączyć na styk węzami winidurowymi lub polietylenowymi w sposób podany na rys. 1.

Branżowy Ośrodek Normalizacyjny 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)

2.5. Skalowanie interferometru. W celu ustalenia punktu zerowego interferometru należy przepuścić przez kuwetę R_1 i R_2 badany gaz, a następnie obracać bębniem B do momentu pokrycia się prążków obserwowanych w okularze U . Na skali bębna odczytać ilość podziałek odpowiadającą położeniu zerowemu bębna. Po ustaleniu punktu zerowego należy przez kuwetę R_1 przepuścić argon spawalniczy (zawartość azotu 0,01% obj. praktycznie nie wpływa na wynik pomiaru), a przez kuwetę R_2 przepuścić kolejno trzy próbki mieszanki argonowo-azotowej o znanych ilościach azotu, notując za każdym razem ilości podziałek bębna po pokryciu się przesuniętych widm oraz temperaturę i ciśnienie. Średnią zawartość azotu (V_0) w gazie szlachetnym, odpowiadającą jednej podziałce na bębnie interferometru, obliczyć w cm^3/m^3 wg wzoru

$$V_0 = \frac{\sum v_i}{3}$$

w którym:

$\sum v_i$ - suma wyników trzech pomiarów zawartości azotu w gazie szlachetnym (v_i) odpowiadającej jednej podziałce na bębnie interferometru, cm^3/m^3 , przy czym

$$v_i = \frac{a}{(PS' - PS^0) F}$$

gdzie:

- a - zawartość azotu w mieszanke argonowo-azotowej, cm^3/m^3 ,
- PS^0 - ilość podziałek skali bębna w położeniu zerowym,
- PS' - ilość podziałek skali bębna w położeniu porównawczym,
- F - współczynnik sprowadzający ciśnienie i temperaturę gazu do normalnych warunków (760 mmHg i 0°C) odczytany z nomogramu podanego w załączniku.

2.6. Wykonanie oznaczania. Otworzyć kurki K_1 i K_3 , następnie otworzyć powoli zawór butli z badaną mieszanek argonowo-azotową, po czym powoli dokręcić śrubę stawidłową reduktora do uzyskania przepływu gazu w ilości $150 \text{ cm}^3/\text{min}$, mierzonego na manometrze różnicowym 8. Otworzyć kurki K_2 i K_4 , podłączyć butlę z argonem spawalniczym (99,98%) poprzez reduktor ciśnienia do kurka K_2 , otworzyć powoli zawór butli, po czym powoli dokręcić śrubę stawidłową reduktora do uzyskania przepływu gazu

w ilości $150 \text{ cm}^3/\text{min}$, mierzonego na manometrze różnicowym 9. Włączyć źródło światła S interferometru 7. Wiązka światła przechodzi przez kolimator k i soczewkę O , skąd skierowana równolegle przechodzi uginając się przez dwie pionowe szczeliny Sz_1 i Sz_2 . Z jednej szczeliny światło idzie przez kuwetę R_1 , pryzmat P_1 i płytkę pomocniczą M . Z drugiej przez kuwetę R_2 , pryzmat P_2 , płytkę pomocniczą M do lunety L , przez którą za pomocą okularu U obserwuje się widma interferencyjne. Pryzmat P_1 jest nieruchomy, natomiast pryzmat P_2 nastawia się za pomocą bębna B . Płytkę pomocniczą M służy do ostrego nastawiania linii podziału obu widm w okularze. Widmo wiązki światła przechodzącej przez kuwetę R_1 z argonem spawalniczym (99,98%) jest przesunięte w stosunku do widma wiązki przechodzącej przez kuwetę R_2 zawierającą mieszanek argonowo-azotową. Po 15-minutowym płukaniu kuwet gazami należy dla pryzmatu P_2 za pomocą bębna B dobrać takie położenie, przy którym obydwa widma pokrywają się. Zanotować odczyt ze skali bębna po sprawdzeniu wzajemnego pokrycia się widm.

2.7. Obliczenie wyników. Zawartość azotu (X_n) w procentach objętościowych obliczyć wg wzoru

$$X_n = \frac{V_0 \cdot F (PS' - PS^0)}{10\ 000}$$

w którym:

- V_0 - zawartość azotu w gazie, odpowiadająca jednej podziałce na bębnie interferometru, cm^3 na 1 m^3 mieszanki,
- F - współczynnik sprowadzający ciśnienie i temperaturę gazu do normalnych warunków odczytany z nomogramu,
- $(PS' - PS^0)$ - różnica odczytów podziałek na skali bębna w położeniu porównawczym i w położeniu zerowym,
- 10 000 - przelicznik objętości wyrażonej w cm^3 na procenty objętościowe.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 7% wyniku najniższego dla mieszanki o zawartości azotu do 8% obj. i o 4% wyniku najniższego dla mieszanki o zawartości azotu do 15% obj.

K O N I E C

Nomogram do przeliczania ciśnienia i temperatury gazu na warunki normalne za pomocą współczynnika F

