

Opublikowano dnia 10 czerwca 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40672

Kl. 42 I, 4/03

Główny Instytut Górnictwa *)
Katowice, Polska

Aparat do oznaczania zawartości składników gazu

Patent trwa od dnia 12 lutego 1957 r.

Dotychczas do oznaczania zawartości składników gazu używa się powszechnie znanych aparatów typu Orsat'a, a w szczególności aparatów Wilhelmięgo i Barbary. Ostatnie dwa pozwalają na uzyskanie dokładniejszych wyników, dzięki zastąpieniu solanki w biurecie i pipiecie rtęcią, przy równoczesnym zastosowaniu manometru kompensacyjnego. Oznaczanie za pomocą wymienionych aparatów polega na pobraniu do biurety i odmierzaniu w niej określonej ilości gazu przy użyciu naczynia poziomego i manometru kompensacyjnego, kilkakrotnym przetłaczaniu próby gazu z biurety do odpowiedniej pipety absorbcyjnej i odwrotnie przez podnoszenie i opuszczanie naczynia poziomego oraz odmierzaniu w biurecie objętości nieprzereagowanego gazu. Z różnicy odczytów przed i po absorpcji oblicza się zawartość procentową składnika. Przed przystąpieniem do analizy aparat powinien wypełniony być azotem.

Powyższa metoda posiada wiele wad, a przede wszystkim konieczność użycia próbie gazu o stosunkowo dużych objętościach (50—100 cm³), małą dokładność oznaczenia (około 0,1% obj.) i wysoką pracochłonność.

Powyższe wady usuwa aparat według wynalazku, który pozwala na zmniejszenie objętości próby gazu do 10 cm³ na pobranie zawsze stałej objętości gazu, na ilościowe przerzucenie pobranej próbki z pipetki do komory reakcyjnej przez przekręcenie dwudrożnego kranika na całkowite wyeliminowanie martwych przestrzeni i niemal dziesięciokrotne zmniejszenie przestrzeni reakcyjnej, co przy zastosowaniu mikrobiuretki stwarza warunki dla osiągnięcia wysokiej dokładności (rzędu 0,02% obj.) oraz na bezpośredni pomiar kontrakcji z wielkości przesunięcia menisku cieczy w mikrobiuretce. Aparat wypełniony jest jednorodną cieczą np. wodą, co wyklucza możliwość zalania i konieczność wypełnienia go azotem.

Aparat według wynalazku przedstawiony na rysunku składa się z zaopatrzonej w płaszcz wodny 4 pipetki gazowej 1, z komory reakcyjnej 2, zaopatrzonej w płaszcz wodny 4a i mikrobiuretki 3, zaopatrzonej w kurek c, przy czym pipetka gazowa 1 połączona jest z komorą reakcyjną 2 za pomocą rurki e, zaopatrzonej w kurek b, oraz rurki liwarowej d. Płaszcz wodny 4 i 4a posiadają rurki wlotowe i wylotowe.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. mgr Jerzy Muzyczuk i Rajmund Wilk.

W komorze reakcyjnej znajduje się stały odczynnik reagujący specyficznie z oznaczonym

składnikiem gazowym (np. laseczki białego fosforu w przypadku oznaczenia tlenu albo katalizująca proces reakcji z jakimkolwiek innym składnikiem gazowym np. drucik platynowy w przypadku oznaczenia metanu w powietrzu).

Pipetka 1, komora reakcyjna 2 i mikrobiuretką 3 wraz połączeniami wypełnione są obojętną cieczą o małym ciężarze właściwym, np. wodą, nie rozpuszczającą w sobie stałego odczynnika.

Wielkość kontrakcji i zawartość procentową szukanego składnika wylicza się według wzoru:

$$x = 100 \cdot \left[\frac{v}{V} + \left(\frac{f}{V} + \frac{10/V - v - fl}{1 - k/P \cdot V} \right) \cdot 1 \right]$$

przy czym x oznacza % objętość składnika gazu w przeliczeniu na gaz suchy, V — całkowitą objętość pipetki gazowej w cm^3 , v — objętość części pipetki gazowej poniżej punktu zerowego w cm^3 , f — przekrój pipetki gazowej w cm^2 , P — ciśnienie atmosferyczne w mm słupa użytej do wypełnienia aparatu cieczy, k — stosunek prężności pary użytej cieczy w temperaturze pomiaru do ciśnienia atmosferycznego P , l — wielkości przesunięcia menisku cieczy w mikrobiuretce w cm . Punkt zerowy nanosi się na mikrobiuretkę w miejscu, w którym zatrzyma się menisk swobodnie wypływającej cieczy do komory reakcyjnej, przy pionowym położeniu biuretki i jednakowym ciśnieniu na obu jej końcach. Zależnie od pożądanego zakresu pomiaru, mikrobiuretka 3 może być prosta lub rozszerzona w górnej swej części.

Przed pobraniem próby gazu należy aparat wypełnić całkowicie obojętną cieczą, przy czym mikrobiuretka 3 winna być napełniona tylko do punktu zerowego. Pomiaru dokonuje się w sposób następujący: do pipetki 1 pobiera się próbkę gazu pod niewielkim nadciśnieniem przez kurek b , przy

zamkniętym kurku c i otwartym a . Po wyrównaniu się temperatury gazu z temperaturą płaszcza wodnego, łączy się za pomocą kurka b pipetkę 1 z atmosferą w celu wyrównania ciśnienia. Następnie przetrzuca się gaz z pipetki 1 do komory reakcyjnej 2 przez przekręcenie kurka b , przy zamkniętych kurkach a i c . W komorze reakcyjnej 2 powstaje podciśnienie na skutek zachodzącej reakcji. Przez otwarcie kurka c łączy się komorę reakcyjną 2 z mikrobiuretką 3, przy czym następuje zassanie cieczy z mikrobiuretki 3 do komory reakcyjnej 2. Po ustaleniu się poziomu menisku cieczy w mikrobiuretce odczytuje się wielkość przesunięcia na mikrobiuretce 3, z którego wylicza się wielkość kontrakcji według wyżej podanego wzoru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Aparat do oznaczania zawartości składników gazu, znamienny tym, że składa się z zaopatrzonej w płaszcz wodny (4) pipetki gazowej (1), z komory reakcyjnej (2), zaopatrzonej w płaszcz wodny (4a) i mikrobiuretki (3), zaopatrzonej w kurek (c), przy czym pipetka gazowa (1) połączona jest z komorą reakcyjną (2) za pomocą rurki (e), zaopatrzonej w kurek (b), oraz rurki lewarowej (d), zaś całość aparatu wypełniona jest cieczą obojętną o małym ciężarze właściwym.
2. Aparat według zastrz. 1, znamienny tym, że w komorze reakcyjnej (2) znajduje się stały odczynnik reagujący specyficznie z oznaczonym składnikiem gazowym lub katalizujący reakcję oznaczonego składnika z jakimkolwiek innym składnikiem gazowym.

Główny Instytut Górnictwa

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

