МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ АКТИВНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕМЕНИ ЗАЩИТНОГО ДЕЙСТВИЯ ПО ХЛОРИСТОМУ ЭТИЛУ

Издание официальное

БЗ 5—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.183.2:543.06:006.354 Группа Л49

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ АКТИВНЫЕ

Метод определения времени защитного действия по хлористому этилу

ГОСТ 18261—72*

Active carbon. Method for determination of protective action time by etil chloride

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 ноября 1972 г. № 2177 дата введения установлена 01.01.74

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на активные угли и устанавливает метод определения их времени защитного действия по хлористому этилу. Время защитного действия измеряют временем от момента пуска смеси воздуха с паром хлористого этила через слой активного угля в динамической трубке до момента проскока (т.е. до появления в воздухе, выходящем из динамической трубки, хлористого этила в количестве, обнаруживаемом индикатором).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Динамический прибор, схема которого приведена в приложении 1.

Баллон малой или средней емкости с вентилем по ГОСТ 949—73.

Печь трубчатая электрическая типа Т40/270 или СУОЛ 0,25 1/12,5 И1.

Милливольтметр с термопарой по ГОСТ 9736—91, присоединенный к автоматическому регулятору температуры со шкалой на 1100 °С.

Автотрансформатор лабораторный регулировочный типа ЛАТР-1.

Трубы пирометрические фарфоровые длиной не менее 400 мм и внутренним диаметром 4—6 мм (для пиролиза).

Интерферометр газовый типа ИТР-1 или ЛИР-1 с кюветой длиной 100 см.

Секундомер.

Аспиратор вместимостью 2—3 $дм^3$, схема которого приведена в приложении 2.

Трубки хлоркальциевые U-образные исполнения 2 по ГОСТ 25336-82.

Трубки резиновые технические по ГОСТ 5496—78 или трубки медицинские резиновые по ГОСТ 3399—76.

Марля бытовая хлопчатобумажная по ГОСТ 11109—90.

Батист хлопчатобумажный.

Вазелин технический.

Этил хлористый медицинский в ампулах.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 %-ный раствор.

Силикагель по ГОСТ 3956—76.

Ангидрид фосфорный.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

**Издание (январь 2000 г.) с Изменениями № 1,2,утвержденными в феврале 1981 г.,июле 1986 г. (ИУС 4—81,10—86)*

© ИПК Издательство стандартов,2000

Воздух сжатый для питания приборов.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Время защитного действия определяют при следующих условиях:

концентрация хлористого этила, г/м^3	5,0±0,3
высота слоя угля, см	5,0±0,1
скорость потока паровоздушной смеси, см/с (дм^3/мин·см^2)	8,33±0,33 (0,50±0,02)
относительная влажность воздуха, %	50±3
температура, °С	17—27.

При необходимости изменения условий испытания они должны быть указаны в нормативно-технической документации на активные угли.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Подготовка аппаратуры

2.2.1. Устанавливают динамический прибор на рабочем месте и присоединяют к сети сжатого воздуха или к вакуумной сети. К крану *19* присоединяют баллон *21* с хлористым этилом (см. п. 5.4). Для длительного поддержания постоянной концентрации баллон необходимо термостатировать в сосуде *22* с водой, температура которой поддерживается постоянной с отклонениями не более 1 °С.

Присоединяют к динамическому прибору интерферометр *12* через реометры *13*, *15* с кранами *14*, *16* согласно схеме.

2.2.2. В манометрические трубки реометров *13*, *15*, *18*, *20*, *27* наливают до нулевой отметки шкалы дистиллированную воду, подкрашенную метиленовым голубым или другим красителем.

Осушительный сосуд *6* заполняют силикагелем, прокаленным при (150±20) °С в течение 2 ч; или осушителем ОС, прокаленным при (200±20) °С в течение 3 ч.

В увлажнитель *7* и в резервуар психрометра наливают дистиллированную воду.

Поглотительный бачок *30* заполняют активным углем, предназначенным для поглощения паров плохо сорбирующихся веществ; уголь заменяют после его отработки, обнаруживаемой так же, как и проскок за динамической трубкой.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Устанавливают рядом с динамическим прибором трубчатую электрическую печь *31* и помещают в нее пиролизные трубки *32* по числу одновременно испытываемых труб. Каждую пиролизную трубку присоединяют к коммуникации от соответствующей динамической трубки *29*.

К выходным концам пиролизных трубок присоединяют индикаторные склянки *33*, в которые наливают по 20 см^3 0,1 %-ного раствора азотнокислого серебра.

К автоматическому регулятору температуры присоединяют термопару, горячий спай которой располагают в середине трубчатой печи. Включают печь через автотрансформатор в электросеть и нагревают до (760±20) °С.

2.2.4. Проверяют герметичность динамического прибора, для чего закрывают краны *3*, *4*, *5*, *14*, *16*, *19*, *26*, открывают краны *17* и *24* и присоединяют к крану *24* аспиратор, заполненный почти доверху водой. Кран *8* устанавливают в положение «на три ветви».

Прибор считают герметичным, если при открытом кране аспиратора вода не вытекает.

Перед проверкой герметичности убеждаются, что уровень воды в маностате *25* (считая от среза барботажной трубки) не меньше, чем уровень воды в аспираторе (считая от среза сливной трубки). В противном случае необходимо во избежание просасывания воздуха отключить маностат и заглушить соответствующую коммуникацию.

2.2.5. Для определения места утечки проверяют герметичность участков после кранов *26*, для чего устанавливают на свои места динамические трубки *29* (смазав шлифы вазелином), закрывают краны *26*, ставят трехходовые краны *28* в положение «на динамическую трубку» и присоединяют аспиратор поочередно к концу каждой пиролизной трубки *32*.

2.2.6. Устанавливают рабочий режим прибора, для чего закрывают краны *3*, *5*, *19*, *24*, а краны *4*, *14*, *16*, *17*, *26* открывают. Кран *8* ставят в положение «На психрометр», а краны *28* — «На поглотительный бачок».

Открывают зажим *1* на линии сброса и подают в прибор воздух. Постепенно уменьшая сброс, устанавливают заданные расходы воздуха, контролируя по реометрам *13*, *15*, *18*, *27*.

Общий расход по реометру *18* должен на 400—600 $см^3$/мин превышать сумму расходов в динамических трубках: часть паровоздушного потока (150—200 $см^3$/мин) поступает в интерферометр, избыток сбрасывается через маностат *25*. Расход в обеих кюветах интерферометра, контролируемый реометрами *13*, *15*, должен быть одинаковым.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.7. Относительную влажность регулируют кранами *3* и *4* при осушке воздуха или кранами *4* и *5* при увлажнении и контролируют ее по психрометрическим термометрам *9* и *11*. Относительную влажность определяют по психрометрическим таблицам, линейке или графикам. Для контроля показаний психрометра один раз в 3 месяца определяют абсолютную влажность весовым методом, приведенным в приложении 3.

2.2.8. Паровоздушную смесь получают, открыв вентиль баллона *21* и постепенно открывая кран *19* так, чтобы хлористый этил через капилляр реометра *20* поступал в смеситель *23*. С помощью крана *19* регулируют расход хлористого этила, чтобы установить концентрацию (5,0±0,3) $г/м^3$, контролируемую интерферометром *12*. Постоянство установленного расхода контролируют по реометру *20*.

Интерферометр предварительно градуируют методом, приведенным в приложении 4.

При отсутствии интерферометра определяют концентрацию хлористого этила весовым методом, как при градуировке интерферометра.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка пробы угля

2.3.1. Для определения времени защитного действия по хлористому этилу берут пробу угля объемом от 35 до 40 $см^3$ (для двух параллельных испытаний) из аналитической пробы, полученной с помощью механического делителя по ГОСТ 16189—70.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.2. Влажность общей пробы угля определяют по ГОСТ 12597—67.

Если влажность угля превышает норму, пробу, подлежащую испытанию, высушивают в течение 1 ч в сушильном шкафу на противнях при высоте слоя не более 5 мм и температуре 105—110 °С.

2.3.3. Пробу насыпают в динамические трубки малыми порциями (примерно по 3—5 $см^3$) и уплотняют каждый раз, осторожно постукивая специальным молоточком (представляющим резиновую пробку № 19, насаженную на стеклянную палочку длиной 200 мм) по стенке трубки, прижатой к деревянному упору и наклоненной под углом 70°±5° к горизонтали, при непрерывном поворачивании трубки вокруг оси.

Разравнивают поверхность угля в динамической трубке специальным пестиком (в виде металлического диска, диаметром 15 мм, на длинной ножке); масштабной линейкой измеряют высоту слоя угля с точностью до 1 мм. Избыток угля снимают пестиком, не наклоняя трубки.

Допускается пользоваться для засыпки угля в динамические трубки полуавтоматическим дозатором «Луч-1».

2.3.4. Устанавливают динамические трубки в прибор и закрывают крышками, конусы которых смазывают вазелином.

2.3.3, 2.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Поворачивают краны *28* и направляют паровоздушную смесь в динамические трубки. Одновременно пускают секундомер.

3.2. В течение всего времени испытания наблюдают за расходом, влажностью и температурой воздуха, температурой пиролизной печи и концентрацией хлористого этила. При изменении показаний реометров, психрометра и интерферометра их корректируют соответствующими кранами.

3.3. Отмечают момент появления в индикаторных склянках белой мути хлористого серебра, которую можно более отчетливо наблюдать на черном фоне. После проскока хлористого этила поворачивают краны *28* над соответствующими динамическими трубками, направляя паровоздушную смесь в поглотительный бачок. Записывают время от момента пуска до проскока с погрешностью до 1 мин.

После проскока во всех динамических трубках подачу хлористого этила в смеситель прекращают, закрыв вентиль баллона и кран *19*.

3.4. Каждую динамическую трубку вынимают, оставляя крышку на приборе. Смазку конуса

вытирают ватой и высыпают отработанный уголь в специальную тару для последующего уничтожения.

3.5. Содержимое индикаторных склянок сливают в сосуд для сбора серебра.

Склянки ополаскивают дистиллированной водой.

3.4, 3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.6. По окончании испытаний выключают сжатый воздух и прекращают нагрев пиролизной печи.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. За результат испытаний принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 10 % относительно меньшего значения. Полученное значение приводят к 20 °С, учитывая, что с повышением температуры на 1 °С время защитного действия уменьшается на 1 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Если фактическая концентрация хлористого этила при испытании отличалась от номинальной (5,0 г/м³) более чем на 0,1 г/м³, вводят поправку на время защитного действия t_0, вычисляемую по формуле

$$t_0 = t\frac{C}{5},$$

где t_0 — время защитного действия (соответствующее концентрации 5 г/м³),мин;

t — время защитного действия,найденное из опыта и приведенное к 20 °С,мин;

C — концентрация хлористого этила при испытании,г/м³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При пользовании сжатым воздухом динамический прибор помещают в вытяжной шкаф. Интерферометр устанавливают вне шкафа (на кронштейнах или на специальных подставках на лабораторном столе) с отводом выходящей паровоздушной смеси в пространство вытяжного шкафа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Хлористый этил обладает слабым, но быстрым наркотическим действием, а также образует с воздухом горючие и взрывчатые смеси. Границы взрывоопасных концентраций 3,6—14,8 % (по объему).

Предельно допустимая концентрация хлористого этила в воздухе рабочей зоны 50 мг/м³.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. Основной источник опасности при работе с хлористым этилом — разлив жидкого вещества при наполнении баллона (пожарная опасность и вдыхание паров в больших концентрациях).

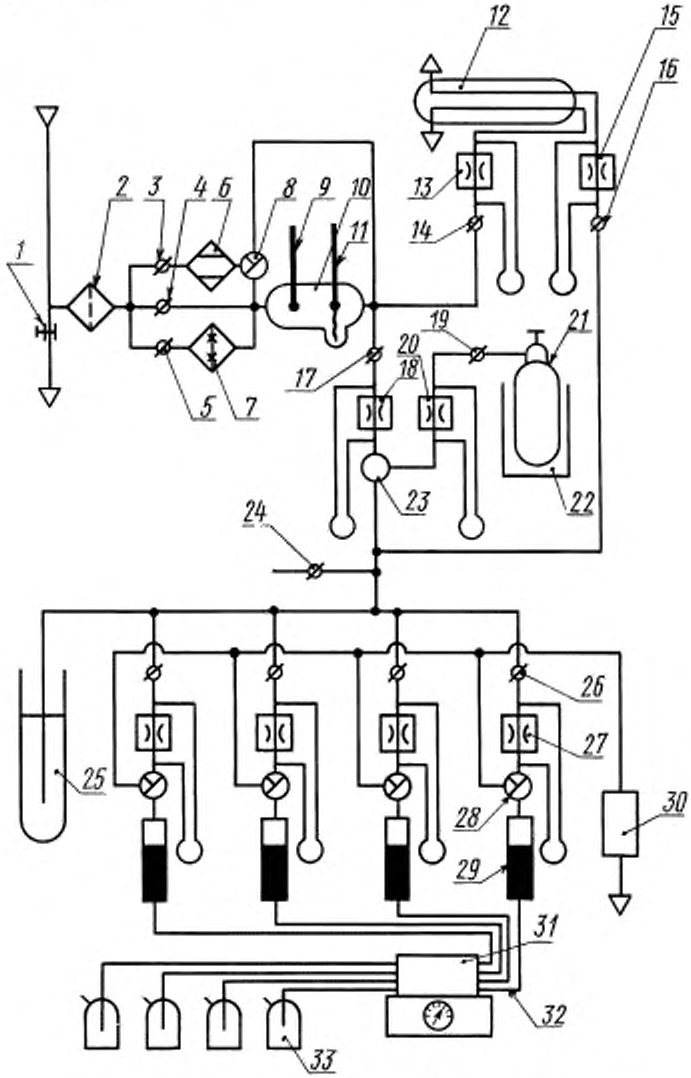
5.4. Наполнение баллона хлористым этилом из ампул производят при охлаждении баллона и ампул смесью воды и толченого льда (температура кипения хлористого этила +12,3 °С) вдали от источников огня. Разлитую жидкость засыпают активным углем.

5.5. Герметичность вентиля баллона с хлористым этилом проверяют с помощью мыльной пены.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

СХЕМА И ОПИСАНИЕ ДИНАМИЧЕСКОГО ПРИБОРА

1. Динамический прибор, принципиальная схема которого приведена на черт. 1, предназначен для испытания четырех проб активного угля. Прибор питается сжатым воздухом. Допускается испытание на приборах с бóльшим или меньшим числом динамических трубок, а также на приборе, работающем под разрежением (от вакуумной сети).



1 — зажим винтовой; *2* — коробка противогазовая фильтрующая, *3, 4, 5, 14, 16, 17, 19, 24, 26* — краны двухходовые; *6* — осушитель; *7* — увлажнитель; *8, 28* — краны трехходовые; *9* — термометр психрометрический «сухой»; *10* — трубка психрометра аспирационная; *11* — термометр психрометрический «влажный»; *12* — интерферометр; *13, 15, 18, 20, 27* — реометры диафрагменные, *21* — баллон с хлористым этилом; *22* — термостат; *23* — смеситель; *25* — маностат водяной; *29* — трубки динамические; *30* — бачок поглотительный; *31* — печь трубчатая для пиролиза хлористого этила; *32* — трубки пиролизные; *33* — склянки индикаторные

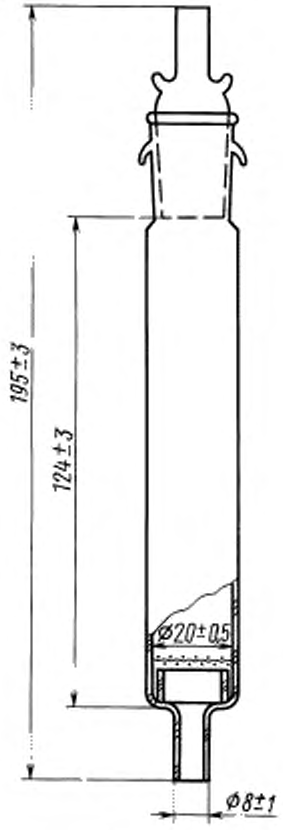
Черт. 1

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. При работе под разрежением воздух засасывается в фильтрующую коробку *2* из атмосферы. Точки сброса в атмосферу по схеме (за индикаторными склянками *33*, поглотительным бачком *30*, маностатом *25*, интерферометром *12*) присоединяют к вакуумной сети с помощью гребенки, снабженной регулировочным краном и вакуумметром.

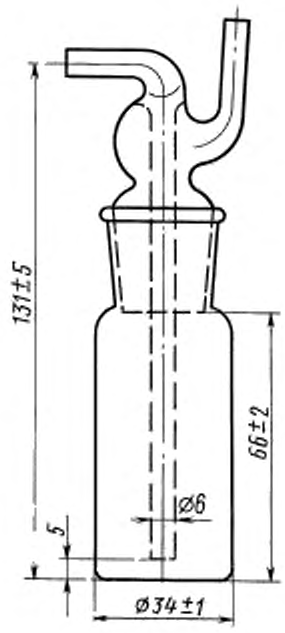
3. **(Исключен, Изм. № 1).**

Динамическая трубка



Черт. 2

Индикаторная склянка



Черт. 3

4. В качестве осушителя *6* рекомендуется бачок с силикагелем по ГОСТ 3956—76, карбогелем или осушителем другой марки; в качестве увлажнителя *7* — бачок с активным углем, смоченным дистиллированной водой.

Допускаются осушители и увлажнители других конструкций.

5. Сечение аспирационной трубки психрометра *10* должно обеспечивать линейную скорость обдувки шариков термометров 0,8 м/с.

Психрометрические термометры *9* и *11* по ГОСТ 112—78 с ценой деления 0,1—0,2° устанавливают так, чтобы ртутные шарики находились на оси аспирационной трубки.

Ртутный шарик «влажного» термометра должен быть плотно обернут на полтора оборота полоской батиста, прокипяченного в дистиллированной воде, по краям шарика батист слегка стягивают нитками, а свободный конец полоски опускают в резервуар с дистиллированной водой, уровень которой должен отстоять от шарика термометра не более чем на 4 см.

6. В термостате *22* постоянную температуру воды поддерживают с помощью водяного ультратермостата или другого регулятора температуры.

7. Диафрагмы *13*, *15*, *18*, *20*, *27* должны быть отградуированы в соответствии с лабораторными руководствами.

Динамическая трубка *29* (черт. 2) должна иметь внутренний диаметр (20±0,5) мм.

В трубке допускается вместо металлической сетки стеклянная перегородка с отверстиями диаметром 0,8—1,0 мм (число отверстий не менее 20).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

8. Индикаторная склянка *33* имеет форму и основные размеры, указанные на черт. 3.

9. Сжатый воздух из сети, очищенный в коробке *2* от пыли, капель воды и масла, поступает в осушительно-увлажнительную систему *3—7*, где в зависимости от необходимости увлажняется или подсушивается до заданной относительной влажности, контролируемой по психрометру *9—11*.

Для грубого регулирования расхода воздуха в приборе служит зажим *1* на сбросе; для более тонкого — краны перед реометрами.

В смесителе *23* воздух смешивается с паром хлористого этила; смесь разветвляется на несколько потоков (по числу динамических трубок) и проходит через диафрагмы реометров *27* в динамические трубки *29* с испытуемыми пробами.

Небольшой избыток паровоздушной смеси сбрасывают через водяной маностат *25*.

Воздух, прошедший сквозь слой испытуемого угля, проходит через нагретые пиролизные трубки *32* и затем барботирует через индикаторный раствор в склянках *33*.

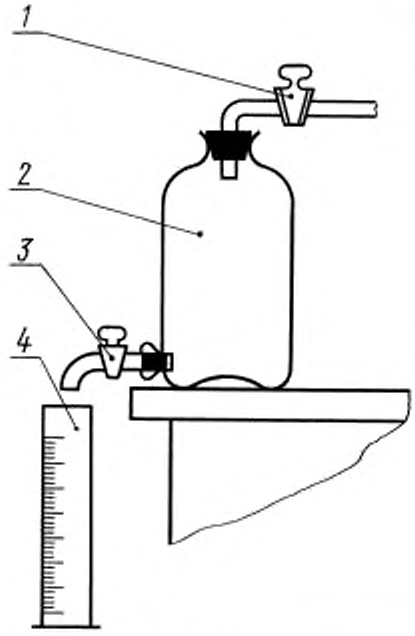
В период установления режима в приборе, а также после проскока паровоздушную смесь отводят с помощью кранов *28* в поглотительный бачок *30*.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

АСПИРАТОР С ИЗМЕРИТЕЛЬНЫМ ЦИЛИНДРОМ

Аспиратор, схема которого приведена на чертеже, служит для проверки герметичности динамического прибора и для просасывания воздуха через U-образные трубки при определении абсолютной влажности (см. приложение 3).



1 — кран верхний; *2* — склянка с тубусом исполнения 1 по ГОСТ 25336—82;
3 — трубка сливная с краном; *4* — цилиндр измерительный

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АБСОЛЮТНОЙ ВЛАЖНОСТИ

Две U-образные трубки заполняют чередующимися слоями осушителя ОС или другого осушителя (размер зерен 1,5—2,0 мм) и фосфорного ангидрида. Трубки нумеруют, взвешивают, и результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака, присоединяют последовательно к крану *24* динамического прибора и с помощью аспиратора пропускают 3 дм^3 воздуха в течение 30 мин.

Трубки с закрытыми кранами отсоединяют от прибора и вторично взвешивают с той же точностью.

Абсолютную влажность (φ_a) в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$\varphi_a = \frac{m_2 - m_1}{V},$$

где m_1 — масса обеих трубок до испытания, мг;

m_2 — масса трубок после испытания, мг;

V — объем пробы воздуха, дм^3.

При повторных определениях абсолютной влажности последовательность расположения трубок сохраняется.

Если фосфорный ангидрид в первой трубке расплывается, обе трубки переснаряжают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

ГРАДУИРОВКА ИНТЕРФЕРОМЕТРА

Схема присоединения интерферометра к динамическому прибору приведена на черт. 1, приложения 1.

Насыпают в две динамические трубки сухой активный уголь любой марки по п. 2.3.3. Высота слоя угля должна быть не менее 70 мм. Закрывают трубки пронумерованными заглушками, взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака и, сняв заглушки, устанавливают в динамический прибор.

Закрывают краны *4, 5, 19, 24* и открывают краны *3, 14, 16, 17, 26*. Трехходовый кран *8* устанавливают в обход психрометра, а краны *28* — в положение «на поглотительный бачок». Открыв зажим на линии сброса, подают в прибор и в интерферометр сухой воздух. Устанавливают рабочие расходы во всех ветвях по п. 2.2.6.

Вращением барабана интерферометра совмещают спектры и отмечают «нулевую точку», т.е. положение барабана при прохождении через обе кюветы чистого воздуха.

Открывают кран *19*, приоткрывают вентиль баллона *21* и подают в смеситель хлористый этил, с помощью крана *19* устанавливают такой расход хлористого этила, чтобы смещение спектра относительно «нулевой точки» составило 80 делений (при длине кювет 1 м), что соответствует расчетной концентрации 5,0 г/м^3.

Отмечают и поддерживают в течение всего опыта показания реометра *20* и интерферометра.

Поворотом кранов *28* над двумя динамическими трубками с углем направляют паровоздушную смесь в трубки. Одновременно пускают секундомер. Через 10—15 мин отключают динамические трубки, вынимают их из прибора, закрывают заглушками и повторно взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Концентрацию хлористого этила в паровоздушной смеси (c) в г/м^3 вычисляют по формуле

$$c = \frac{m_2 - m_1}{V \cdot t},$$

где m_1 — масса динамической трубки до опыта, мг;

m_2 — масса динамической трубки после опыта, мг;

V — расход паровоздушной смеси по реометру *27* для соответствующей трубки, дм^3/мин;

t — время пропускания паровоздушной смеси через динамическую трубку, мин.

По двум результатам вычисляют среднее арифметическое.

Строят график в координатах: концентрация — число делений барабана интерферометра, соединяя прямой найденную точку с началом координат (график интерферометра линеен).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.02.2000. Подписано в печать 15.03.2000. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,87.
Тираж 107 экз. С 4697. Зак. 225.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru