

EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

PRÍSTROJ NA CIACHOVANIE LABORATÓRNYCH PRIETOKOMEROV

JÁN JANDA

Výskumný ústav pre petrochémiu v Novákoch

Výskum reakčnej kinetiky kontinuitných katalytických procesov, štúdium difúzie plynov, stanovenie absorpčných koeficientov dynamickou metódou, aplikácia chromatografie plyn—kvapalina a mnoho iných prípadov chemickej laboratórnej praxe vyžadujú veľmi presné nepretržité dávkovanie plynov. Trvalá kontrola konštantného prietoku plynov sa najčastejšie uskutočňuje clonkovými diferenciálnymi manometrami alebo rotametrami, pričom konštantný tlakový spád na prietokomeri sa dosahuje pomocou regulačných ventilov, manostatmi a pod. Všetky tieto prístroje sú všeobecne známe a technika práce s nimi je na dostatočnej úrovni. Jediným vážnym problémom nepretržitého dávkovania plynov, predovšetkým malých množstiev, je presné určenie prietokovej hodnoty meracieho orgánu.

V laboratóriách sa na tieto účely používajú jednak plynové hodiny (suché alebo mokré), jednak rôzne obmeny plynojemov s kvapalinovým uzáverom, ako je napr. výtoková modifikácia klasického plynojemu alebo Mariotteova fľaša. Ciachovanie prietokomerov takýmito zariadeniami, vyjmúc Mariotteovu fľašu, je však zaťažené pomerne značnými chybami. Napríklad plynové hodiny registrujú pretečené množstvo plynu s chybou 2—6 % a okrem toho sa dajú trvale spoľahlivo použiť len na kontrolu prietokov nad 60—80 lit./hod. Pri práci s laboratórnymi plynojemami nie je zasa dosť dobre možné udržať po celú dobu ciachovania konštantný tlak v systéme a teda získané hodnoty nie sú dosť objektívne. Pomerne výhodnou metódou je ciachovanie pomocou Mariotteovej fľaše, ale jej aplikácia pre malé prietoky, predovšetkým dobre rozpustných plynov, je málo spoľahlivá.

V našom laboratóriu používame pre ciachovanie plyných prietokomerov na množstvách od 200 ml asi do 40 lit./hod. už niekoľko rokov s veľkým úspechom prístroj, ktorého schéma je na obr. 1. Obr. 2 znázorňuje zapojenie prístroja na prietokomer so skúšanou kapilárou.

Prístroj a jeho funkcia

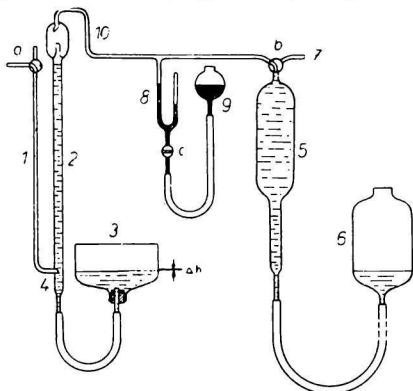
Ciachovací prístroj pozostáva v podstate z dvoch častí: z kalibrovanej plynovej byrety s pomocným zásobníkom (5—7) a z regulátora tlaku (1—4). Obidve časti sú medzi sebou spojené kapilárnym potrubím (10), na ktorom je umiestnený ortuťový manometer (8—9). Ako uzavieracia kvapalina sa najčastejšie používa nasýtený roztok solanky.¹ Môže sa však použiť aj ortuť.

¹ 357,5 g NaCl na 1 liter vody.

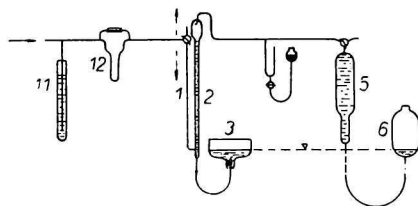
Pred začatím ciachovania sa pomocou manostatu (11) nastaví najprv patričný prietok meraného plynu cez vymeniteľnú kapiláru prietokomeru (12) a kohútom (a) sa plyn odpustí do atmosféry. Potom sa pripraví ciachovacia aparátúra na meranie:

1. Vyrovnávací zásobník (3) sa umiesti do takej polohy, aby sa hladina soľanky nachádzala na úrovni ústia (4) vstupnej trubice (1) do kalibrovanej časti tlakového regulátora (2).

2. Nato sa celý prístroj evakuuje. Evakuovanie sa uskutoční tým spôsobom, že sa plynová byreta (5) najprv pohybom pomocného zásobníka soľanky (6) naplní asi do $\frac{3}{4}$ soľankou (plyn prítomný v byrete odchádza kohútom (b) do atmosféry) a potom po



Obr. 1. Ciachovací prístroj pripravený na meranie.



Obr. 2. Zapojenie prístroja na prietokomer.

otočení kohúta (b) do polohy naznačenej na obr. 1 a po patričnom znížení zásobníka (6) naplní sa tlakový regulátor (2) kvapalinou až po horný okraj jeho kalibrovanej časti.

3. Potom sa opísaným spôsobom naplní soľankou aj plynová byreta (5) až po kohút (b). Pomocný zásobník soľanky (6) sa nakoniec umiesti tak, aby hladina soľanky bola na rovnakej úrovni s hladinou kvapaliny vo vyrovnávacom zásobníku (3).

4. Po opätovnom otočení kohúta (b) do polohy naznačenej na obr. 1 je prístroj pripravený na ciachovanie.

Meraný plyn vstupuje trubicou (1) do regulátora tlaku (2), prebubláva soľankou a zhromažďuje sa nad hladinou kvapaliny v obidvoch častiach prístroja. Soľanka z tlakového regulátora a plynovej byretty vyteká pritom do vyrovnávacieho zásobníka (3), resp. pomocného zásobníka (6). Pri takomto usporiadaní prístroja je počiatkový tlak vstupujúceho plynu atmosférický, pretože podtlak, vytvorený v plynovej byrete rozdielom hladín soľanky, je kompenzovaný práve rovnakou hodnotou hydrostatického tlaku kvapalinového stĺpca v regulátore tlaku. Funkcia ciachovacieho prístroja sa preruší prepojením prietoku plynu pomocou kohúta (a) do atmosféry.

Odehýľky od atmosférického tlaku na začiatku merania môžu byť zapríčinené nevhodnou polohou vyrovnávacieho zásobníka (3), čo sa dá veľmi ľahko odstrániť jeho premiestnením do vyhovujúcej polohy. Avšak v dôsledku stúpania hladiny kvapaliny vo vyrovnávacej nádobe tlakového regulátora počas ciachovania stúpa odpor kvapaliny voči vstupujúcemu plynu a plyn vchádza do prístroja pri postupne vyššom tlaku. Tejto nepríjemnosti možno čeliť dvoma spôsobmi:

1. Vhodným voľením pomeru priemerov kalibrovanej časti regulátora tlaku a jeho vyrovnávacej nádoby (minim. 1:20—50), ako aj voľbou veľkosti prístroja možno dosiahnuť,

že zmena tlaku vstupujúceho plynu po celkovom naplnení prístroja plynom neprevýši hodnotu 1—2 mm v. s.

2. Nepriaznivú zmenu tlaku plynu možno úplne vylúčiť tým, že sa zásobník s vyrovnávacou kvapalinou zavesí na pružnú špirálu, ktorá reaguje na zvýšenú váhu zásobníka odpovedajúcim povytiahnutím.

Ciachovanie prietokomerov pomocou tohto prístroja je veľmi pohodlné, jednoduché a pritom veľmi presné. Stačí odčítať hodnotu tlaku na manometri (8) pred začatím merania a po jeho skončení, odčítať objem plynu zhromaždeného v prístroji a stanoviť dobu, za ktorú sa prístroj meraným plynom naplnil. Objektívnosť jednotlivých meraní vyžaduje, aby výška hladiny ortuti v ľavom ramene manometra (8) bola pred odčítaním množstva plynu zhromaždeného v prístroji zhodná s výškou ortuti na začiatku merania. Potrebné vyrovnanie hladiny ortuti sa dosiahne známou manipuláciou zásobníkom (9) a kohútom (c).

Množstvo plynu, ktorý vošiel do prístroja pri normálnych podmienkach (760 mm Hg, 0 °C), vypočíta sa podľa vzorca

$$V_o = 0,359 \cdot \frac{V_r (b + p_1 - 2p_2)}{273,2 + t} \quad (\text{ml}), \quad (1)$$

kde

V_r = objem plynu odčítaný na prístroji, ml

b = barometrický tlak, mm Hg

p_1 = tlak na manometri na začiatku merania, mm Hg

p_2 = tlak na manometri na konci merania, mm Hg

t = teplota merania, °C

Príklad:

$V_r = 522,5$ ml (481,0 ml v plynovej byrete a 41,5 ml v regulátore tlaku)

$b = 742,3$ mm Hg

$p_1 = 33$ mm Hg

$p_2 = 3$ mm Hg

$t = 22,4$ °C

$$V_o = 0,359 \cdot \frac{522,5 (742,3 + 33 - 6)}{295,6} = 488,9 \text{ ml}$$

Voľný objem prístroja nad hladinou uzavieracej kvapaliny v tlakovom regulátore, spojovacom potrubí a manometri má byť v pomere k objemu ostatnej časti prístroja riešený tak, aby bolo pre bežnú prácu možné jeho vplyv na presnosť merania zanedbať. V opačnom prípade je potrebné pripočítať k objemu plynu vypočítanému podľa rovnice (1) ešte objemovú korekciu na tento priestor:

$$V_{\text{kor.}} = 0,359 \cdot \frac{V_v (p_1 - p_2)}{273,2 + t} \quad (\text{ml}), \quad (2)$$

kde V_v je objem voľnej časti prístroja a ostatné symboly majú obvyklý význam.

Princíp ciachovacieho prístroja možno aplikovať i pre veľké prietoky. V tom prípade sa namiesto plynovej byrety s uzavieracou kvapalinou použije vhodne volený tlakový kovový zásobník napojený na zdroj vakuu a tlakový regulátor, ktorého dĺžka od vstupného otvoru po horný okraj kalibrovannej časti sa predĺži asi na 800 mm, naplní sa ortuťou. Keď sa vstupná trubica regulátora tlaku a voľný priestor prístroja nad uzavieracou kvapalinou vyriešia kapilárne, možno prístroj použiť na zhromažďovanie vzorkovaného plynu.

Súhrn

Opisuje sa nový prístroj pre ciachovanie laboratórnych prietokomerov na plyny v rozsahu 0,2—40 lit./hod. V dôsledku toho, že podtlak v plynovej by-rete pre zhromažďovanie plynu, vytvorený rozdielom hladín uzavieracej kva-paliny, je kompenzovaný práve rovnakou hodnotou hydrostatického tlaku kvapaliny v regulátore tlaku, vstupuje plyn do prístroja prakticky po celú dobu merania pod atmosferickým tlakom. Prednosti tohto usporiadania sa prejavajú jednak v pohodlnej práci, jednak v presnosti nameraných výsledkov.

Došlo do redakcie 6. 10. 1958

АППАРАТ ДЛЯ ПРОБИРОВАНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ ИЗМЕРИТЕЛЕЙ ПРОТОКА

ЯН ЯНДА

Исследовательский институт для нефтохимии в Новых

Выводы

Описан аппарат для пробирования лабораторных измерителей протока для газов в диапазоне 0,2—40 л/час. Следствием этого, что уменьшенное давление в газовой бюретке для накопления газов, образованное разностью уровней замыкающей жидкости, компенсировано такой же величиной гидростатического давления жидкости в регуляторе давления, вступает газ в прибор практически в продолжении измерения под атмосферическим давлением. Преимущество этого устройства проявляется с одной стороны в удобной работе, с другой стороны в точности измеренных результатов.

Поступило в редакцию 6. 10. 1958 г.

GERÄT FÜR DAS EICHEN VON LABORATORIUMS-DURCHFLUSS- MENGENMESSERN

JÁN JANDA

Forschungsinstitut für Petrochemie in Nováky

Zusammenfassung

Der Autor beschreibt ein Gerät für das Eichen von Laboratoriums-Durchflussmengenmessern für Gase in einem Umfang von 0,2—40 l/Stde. In Folge dessen, dass der Unterdruck in der Gasbürette für das Ansammeln von Gas, hervorgerufen durch den Unterschied der Spiegel der Verschlussflüssigkeit, durch den gleichen Wert des hydrostatischen Drucks der Flüssigkeit im Druckregulator kompensiert wird, tritt das Gas in das Gerät praktisch während der gesamten Messdauer unter atmosphärischem Druck ein. Die Vorzüge dieser Anordnung kommen einerseits in der bequemen Arbeitsweise, andererseits in der Genauigkeit der gemessenen Werte zum Ausdruck.

In die Redaktion eingelangt den 6. 10. 1958

Adresa autora:

Dr. inž. Ján Janda, Nováky, Výskumný ústav pre petrochémiu.