

Газы нефтепереработки

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРОВОДОРОДА

ГОСТ
11382—76

Refinery Gases. Method of test
for sulphurated hydrogen content

МКС 75.160.30
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на газы, получаемые в процессе переработки нефти, и устанавливает метод определения объемной доли сероводорода от 0,001 % до 15,0 %. Применение метода в диапазоне 0,001 %—0,010 % предусмотрено для контроля товарной продукции, в диапазоне 0,01 %—15,00 % — для внутризаводского контроля.

Сущность метода заключается в химическом взаимодействии сероводорода с уксуснокислым свинцом, нанесенным на силикагель. Образующийся в результате реакции сернистый свинец дает черное окрашивание слоя силикагеля, высота которого зависит от объемной доли сероводорода в анализируемом газе.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении объемной доли сероводорода в газах применяют:

аппарат для определения сероводорода при объемной доле его в газе менее 0,1 % (черт. 1), состоящий из металлической линейки по ГОСТ 427 или линейных измерителей аналогичного типа с той же ценой деления длиной 500 мм, газовой пипетки по ГОСТ 18954 вместимостью 500 см³, лабораторного штатива, реакционной капиллярной трубки с внутренним диаметром 2—4 мм и вакуумного насоса любого типа, обеспечивающего вакуумирование до остаточного давления 0,5 кПа;

аппарат для определения сероводорода при объемной доле его в газе от 0,1 % и более (черт. 2), состоящий из металлической линейки по ГОСТ 427 или линейных измерителей аналогичного типа с той же ценой деления, реакционной трубки с внутренним диаметром 6—8 мм, верхнего и нижнего двухходовых кранов по ГОСТ 7995, медицинского шприца типа «Рекорд», вместимостью 20 см³, осушителя, реометра с диапазоном измерений от 0 до 100 см³/мин по ГОСТ 9932, трехходового крана по ГОСТ 7995 и винтового зажима, которые крепятся на панели размером 75 × 30 × 3 мм. Допускается проведение анализов на приборе (черт. 1) с использованием при этом реакционной капиллярной трубки с внутренним диаметром 6—8 мм и газовой пипетки вместимостью 50 см³;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру до 150 °С с погрешностью не более 2 °С;

компрессор или общая магистраль для нагнетания воздуха;

весы технические с диапазоном определения массы от 0 до 500 г с погрешностью не более 0,1 г;

пробоотборник по ГОСТ 14921 любого типа;

набор сит «физприбор» с отверстиями сит размером 0,25; 0,50 мм или набор сит с отверстиями размером 0,20; 0,50 мм;

сетку проволочную по ГОСТ 6613 или стеклянную вату;

аппарат Киппа;

газомер по ГОСТ 25336;

посуду фарфоровую по ГОСТ 9147, ступка № 5 или № 6, чашка № 5 или № 6;

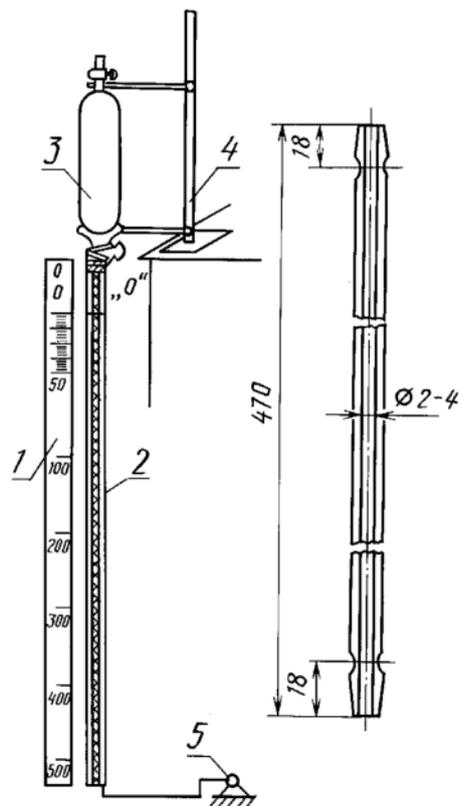
воронку делительную по ГОСТ 25336, вместимостью 1000 см³;

пипетки газовые по ГОСТ 18954, вместимостью 500 и 1000 см³;

эксикатор по ГОСТ 25336;

банки стеклянные с притертой пробкой, вместимостью 500 см³;

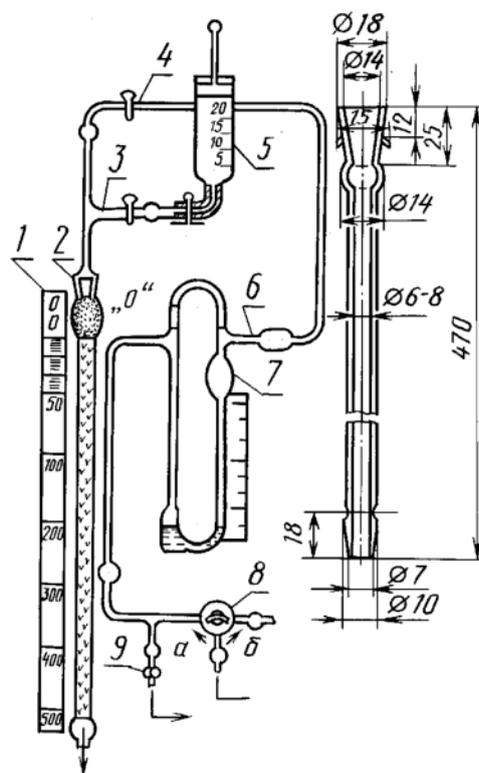
**Схема аппарата для определения сероводорода
при объемной доле его в газе менее 0,1 %**



1 — металлическая линейка; 2 — реакционная капиллярная трубка; 3 — газовая пипетка; 4 — лабораторный штатив; 5 — вакуумный насос

Черт. 1

**Схема аппарата для определения сероводорода
при объемной доле его в газе более 0,1 %**



1 — металлическая линейка; 2 — реакционная капиллярная трубка; 3 — нижний двухходовой кран; 4 — верхний двухходовой кран; 5 — медицинский шприц; 6 — осушитель; 7 — реометр; 8 — трехходовой кран; 9 — винтовой зажим

Черт. 2

С. 3 ГОСТ 11382—76

силикагель по ГОСТ 3956, марки КСКГ или марки АСКГ для определения сероводорода при объемной доле его в газе менее 0,1 %;

силикагель № 3 или № 2,5 для определения сероводорода при объемной доле его в газе от 0,1 % и более;

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор с массовой долей 1 %;

барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 1 %;

соляную кислоту по ГОСТ 3118, х.ч.;

железо сернистое или натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

кальций хлористый технический по ГОСТ 450;

смазку ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433 или смазку вакуумную;

шприцы стеклянные любого типа вместимостью 1, 2, 10, 20, 100 см³;

редуктор типа РДВ;

аттестованные газовые смеси сероводорода с воздухом с объемной долей сероводорода 0,01 %; 0,1 %; 1,0 % и 10,0 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление сорбентов

2.1.1. Силикагель марки № 3 или марки КСКГ дробят в фарфоровой ступке и отбирают фракции размером 0,25—0,50 мм.

Отобранную фракцию промывают в делительной воронке дистиллированной водой с температурой 60 °С—80 °С до отрицательной реакции на ионы (SO₄[−]). Отсутствие ионов (SO₄[−]) в промывной воде проверяют по хлористому барии. Отмытый силикагель сушат в сушильном шкафу при (120±2) °С до получения постоянной массы и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

Высушенный силикагель хранят в эксикаторе или используют силикагель марки АСКГ.

2.1.2. В фарфоровую чашку помещают 100 г силикагеля, подготовленного по п. 2.1.1, равномерно смачивают его 100 см³ 1 %-ного раствора уксуснокислого свинца.

Полученный сорбент (силикагель) содержит 99 г воды.

Силикагель помещают в сушильный шкаф при (120±2) °С. При этом силикагель марки КСКГ или марки АСКГ выдерживают в сушильном шкафу, периодически перемешивая, в течение 1,5 ч, силикагель № 3 — в течение 2 ч.

По истечении указанного времени силикагель помещают в эксикатор для охлаждения его до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

После высушивания силикагеля масса его для марки КСКГ и АСКГ должна составлять (165±2) г, для марки № 3 должна быть (135±2) г, что соответствует примерно 65 % и 35 % остаточной влажности. Обработанный силикагель хранят в стеклянных банках с притертой пробкой.

2.1.1; 2.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Отбор пробы

2.2.1. Пробу анализируемого газа отбирают в герметичный пробоотборник, который предварительно продувают десятикратным объемом газа. В пробоотборнике должно быть избыточное давление газа; 0,2—0,3 МПа (2—3 кгс/см²).

2.2.2. Для определения сероводорода при объемной доле его в газе менее 0,1 % из пробоотборника берут пробы газа для анализа в вакуумированную калиброванную пипетку, которую полностью заполняют. Пипетку вакуумируют в течение 15 мин до остаточного давления 0,5 кПа (4 мм рт. ст.).

2.2.1, 2.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. Для определения сероводорода при объемной доле его более 0,1 % от пробы газа отбирают шприцем для анализа 20 см³ газа. На отвод шприца вместо иглы надевают резиновую трубку длиной не более 80 мм, зажатую на середине зажимом.

Газовую пипетку и шприц через каждые пять определений промывают спиртом и просушивают.

2.3. Подготовка аппарата

2.3.1. Подготовка аппарата для определения сероводорода при объемной доле его в газе менее 0,1 % (черт. 1).

Капиллярную реакционную трубку заполняют силикагелем марки КСКГ или марки АСКГ, подготовленным по п. 2.1.2, до метки «0». Чтобы силикагель не высыпался, в конец трубки вставляют

металлическую сетку, скрученную в виде цилиндра, или пробку из стеклянной ваты высотой 5 мм. Силикагель засыпают в трубку небольшими порциями при равномерном постукивании по всей длине трубки. Выше метки «0» на высоту 5 мм трубку заполняют силикагелем марки КСКГ или марки АСКГ, подготовленным по п. 2.1.1. Металлическую линейку закрепляют на уровне метки «0» реакционной трубки.

Газовую пипетку устанавливают в лабораторный штатив и при помощи вакуумной резиновой трубки нижний отвод пипетки соединяют встык с верхним концом реакционной трубки, нижний конец которой соединяют через трехходовой кран с вакуумным насосом.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. Подготовка аппарата для определения сероводорода при объемной доле его в газе более 0,1 % (черт. 2).

Реакционную капиллярную трубку заполняют силикагелем марки № 3 по п. 2.3.1. Заполненную реакционную трубку и медицинский шприц для отбора анализируемого газа закрепляют на панели при помощи разъемных колец так, чтобы они легко снимались.

Затем реакционную трубку соединяют с верхним и нижним двухходовыми кранами и через соединительную стеклянную трубку с осушителем, заполненным прокаленным хлористым кальцием.

Реометр заполняют подкрашенной водой до нулевого деления шкалы, соединяют его с осушителем и через соединительную стеклянную трубку с трехходовым краном.

Металлическую линейку укрепляют на панели так, чтобы нулевое деление на линейке совпало с меткой «0» на реакционной трубке.

Шприц соединяют резиновой трубкой со шлицем. Соединения на шлифах и краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221.

Перед проведением анализа в приборе устанавливают скорость потока воздуха, равную 50 см³/мин, по шкале реометра. Для этого воздух пропускают через трехходовой кран (положение а), реометр, осушитель, открытый двухходовой кран и реакционную капиллярную трубку в атмосферу (верхний двухходовой кран на шлице закрыт).

Скорость потока воздуха регулируют винтовым зажимом или редуктором.

Затем с помощью мыльной пены проверяют прибор на герметичность.

После установления скорости потока воздуха трехходовой кран переводят в положение б, нижний двухходовой кран закрывают.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.4. Приготовление исходной и градуировочной смесей

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4.1. Сероводород получают в аппарате Киппа при взаимодействии сернистого железа или сернистого натрия с соляной кислотой. Полученный сероводород отбирают в подсоединенную к аппарату Киппа газовую пипетку вместимостью 500 см³. После заполнения сероводородом закрывают оба крана пипетки и на один из отводов надевают резиновую трубку с заглушкой. Расстояние между отводом пипетки и заглушкой должно составлять около 5 мм. Допускается применять технический сероводород с объемной долей основного вещества не менее 98 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4.2. Берут восемь газовых пипеток вместимостью 500 см³ и одну пипетку вместимостью 1000 см³. Краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221 и проверяют их на герметичность. На один из отводов каждой пипетки ставят заглушку, как указано в п. 2.4.1, а другой отвод подсоединяют к вакуумному насосу и вакуумируют в течение 15 мин до остаточного давления 0,5 кПа (4 мм рт. ст), после этого кран закрывают.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 4).

2.4.3. Из пипетки, содержащей сероводород, полученный по п. 2.4.1, отбирают шприцем, прокалывая иглой резиновую трубку, 1 см³ сероводорода и таким же способом вводят его в пипетку вместимостью 1000 см³, подготовленную по п. 2.4.1. При этом следует давить на поршень шприца, не допуская резких рывков. Затем пипетку заполняют воздухом, постепенно открывая свободный от заглушки кран, и после выравнивания давления с атмосферным быстро закрывают его.

Полученная смесь является исходной для приготовления градуировочных смесей.

Допускается приготовление исходной смеси в шприцах вместимостью 100 см³ и более, соответственно изменив объем исходной смеси в п. 2.4.4.1.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4.4. Приготовление градуировочных смесей сероводорода с воздухом при объемной доле его в градуировочной смеси менее 0,1 %.