Издание официальное

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Газы нефтепереработки МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕРОВОДОРОДА Refinery gases. Method for the determination of sulphurated hydrogen content	ГОСТ 11382—65 Группа Б19

Настоящий стандарт устанавливает метод определения сероводорода при его содержании в пределах 0,001—15,0 об. % в газах нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности.

Метод основан на химическом взаимодействии сероводорода с уксуснокислым свинцом, нанесенным на силикагель. Образующийся в результате реакции сернистый свинец дает черное окрашивание слоя силикагеля; высота этого окрашенного слоя находится в линейной зависимости от содержания сероводорода в испытуемом газе.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на газы нефтепереработки и нефтехимии.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. 1. При определении содержания сероводорода в газах нефтепереработки применяются следующая аппаратура, реактивы и материалы:

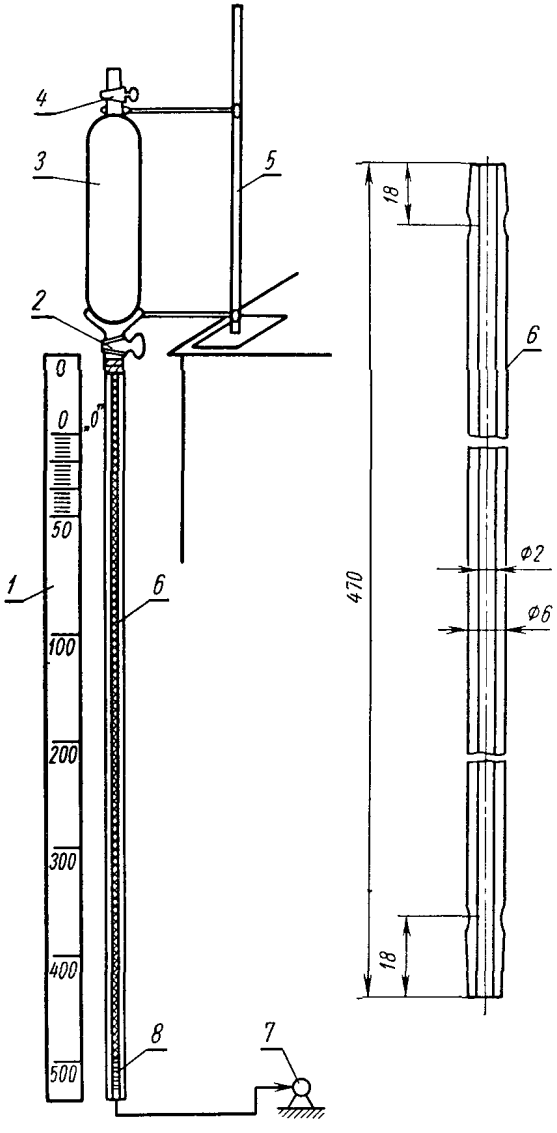
прибор для определения малых концентраций сероводорода (0,001—0,100 об. %) в следующем комплекте (черт. 1): реакционная капиллярная трубка *6* с металлической сеткой *8*, скрученной в виде цилиндра длиной 5 *мм*; газовая пипетка *3* вместимостью 500—600 *мл* (вместимость пипетки точно измеряют при температуре 20° С); штатив *5*; металлическая линейка *1* длиной 500 *мм* по ГОСТ 427—56 и вакуумный насос *7*;

прибор для определения сероводорода при содержании его в газах от 0,1 до 15,0 об. % в следующем комплекте (черт. 2); реакционная стеклянная трубка *8* с двухходовым краном и шлицем; медицинский шприц *3* типа «Рекорд» вместимостью 20 *мл*; двухходовой кран *2*, осушитель *4* со шлицем, реометр *5* с пределами измерений от 0 до 100 *мл/мин*, трехходовой кран *6* с винтовым зажимом *7*, металлическая линейка *1* длиной 500 *мм* по ГОСТ 427—56;

Внесен Государственным комитетом нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности при Госплане СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 11/VIII 1965 г.	Срок введения 1/I 1966 г.

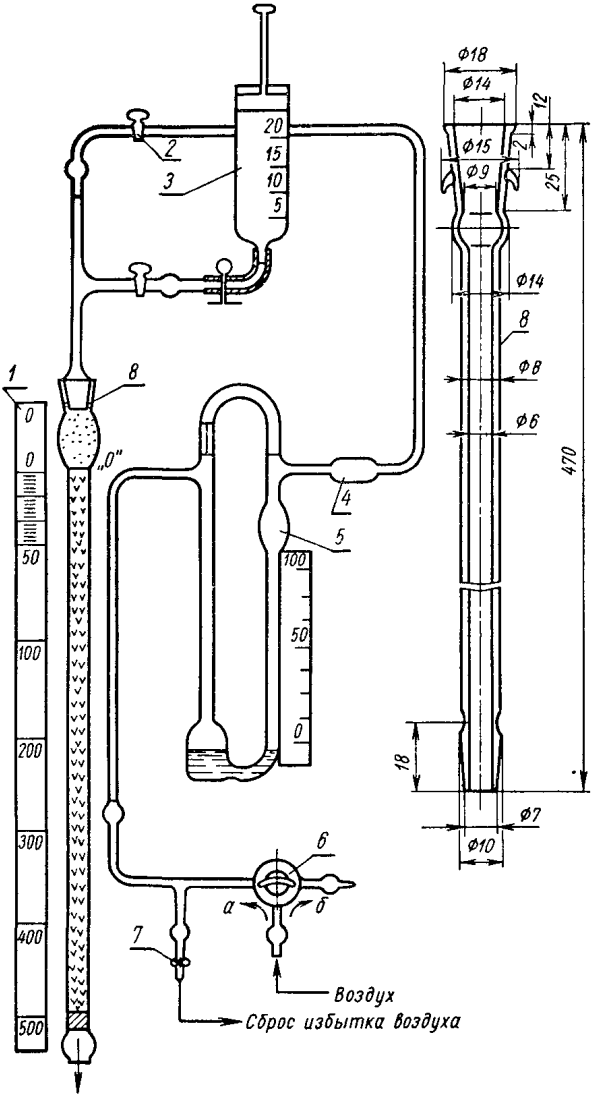
Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

Схема прибора для определения малых концентраций сероводорода



Черт. 1

Схема прибора для определения больших концентраций сероводорода



Черт. 2

посуда фарфоровая по ГОСТ 9147—59; ступка № 5 или № 6, чашка № 5 или № 6.

воронка делительная по ГОСТ 8613—64 вместимостью 1000 *мл*;

эксикатор по ГОСТ 6371—64;

банки стеклянные с притертой пробкой вместимостью 500—1000 *мл*;

набор сит с размерами стороны ячеек в свету от 0,25 до 0,50 *мм*;

воздуходувка, лабораторный компрессор или общая магистраль для нагнетания воздуха;

силикагель № 3, изготовленный Горьковской опытной базой ВНИИНП, со следующими свойствами: насыпной вес 0,49 *г/см*^{3}, кажущаяся плотность 0,758 *г/см*^{3}, истинная плотность 2,21 *г/см*^{3}, радиус пор 53,5А, пористость 66%; силикагель № 3 применяют для определения сероводорода при содержании его в газах от 0,1 до 15,0 об. %;

силикагель марки КСК по ГОСТ 3956—54, применяемый для определения сероводорода при содержании его в газах от 0,001 до 0,100 об. %;

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—51,1%-ный водный раствор;

барий хлористый по ГОСТ 4108—65,10%-ный водный раствор;

известь натронная по ГОСТ 4455—48;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

смазка ЦИАТИМ-221 по ГОСТ 9433—60.

вата медицинская обезжиренная (гигроскопическая) по ГОСТ 5556—66.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. 1. Приготовление адсорбентов

2. 1. 1. Силикагель № 3 или силикагель марки КСК дробят в фарфоровой ступке и просеиванием отбирают фракцию с зернами размером 0,25—0,50 *мм*. Эту фракцию промывают горячей дистиллированной водой (60—80° С) в делительной воронке до отрицательной реакции на ионы SO_4 в промывной воде (испытание раствором хлористого бария) и высушивают в сушильном шкафу при температуре 120 ± 2° С до постоянного веса.

2. 1. 2. В фарфоровой чашке взвешивают 100 *г* просушенного силикагеля с точностью до 0,01 *г* и равномерно смачивают его 100 *г* 1%-ного раствора уксуснокислого свинца.

2. 1. 3. Обработанный силикатель, содержащий 99 *г* воды, сушат в сушильном шкафу при температуре 120 ± 2°С в течение 2—2,5 *ч* до остаточной влажности: 65%-ной для силикагеля марки КСК и 35%-ной для силикагеля № 3 (влажность относят к весу силикагеля).

Остаточную влажность обработанного силикагеля проверяют взвешиванием его с точностью до 0,01 *г* после охлаждения в эксикаторе до комнатной температуры.

Обработанный силикагель хранят в стеклянных банках с притертой пробкой.

2. 2. Отбор проб газа для анализа

2. 2. 1. Пробу исследуемого газа отбирают в герметичный пробоотборник, который предварительно продувают этим же газом в количестве 2—3-кратного объема.

После отбора пробы в пробоотборнике должно быть избыточное давление газа.

2. 2. 2. Для определения малых концентраций сероводорода от пробы исследуемого газа из пробоотборника берут газ для анализа в эвакуированную газовую пипетку *3* (см. черт. 1), которую наполняют полностью.

2. 2. 3. Для определения сероводорода при содержании его 0,1% и более от пробы исследуемого газа из пробоотборника шприцем *3* (см. черт. 2) отбирают для анализа 20 *мл* газа. Резиновую трубку на шприце зажимают зажимом.

2. 3. Подготовка приборов к работе.

2. 3. 1. Прибор для определения малых концентраций сероводорода собирают по схеме, приведенной на черт. 1.

Капиллярную трубку *6* предварительно заполняют обработанным силикателем марки КСК до метки «О». Чтобы силикагель не высыпался, в конце трубки вставляют металлическую сетку *8*. Силикагель вводят в трубку небольшими порциями при равномерном постукивании по всей длине трубки.

Выше метки «О» на высоту 5 *мм* трубку заполняют необработанным силикагелем марки КСК.

Пипетку *3*, содержащую анализируемый газ, закрепляют в лабораторном штативе *5*, соединяют ее при помощи толстостенной резиновой трубки с реакционной капиллярной трубкой *6*, которую соединяют при помощи вакуумной резиновой трубки с вакуумным насосом *7*.

2. 3. 2. Прибор для определения сероводорода при содержании его в газах от 0,1 до 15 об. % собирают по схеме, приведенной на черт. 2.

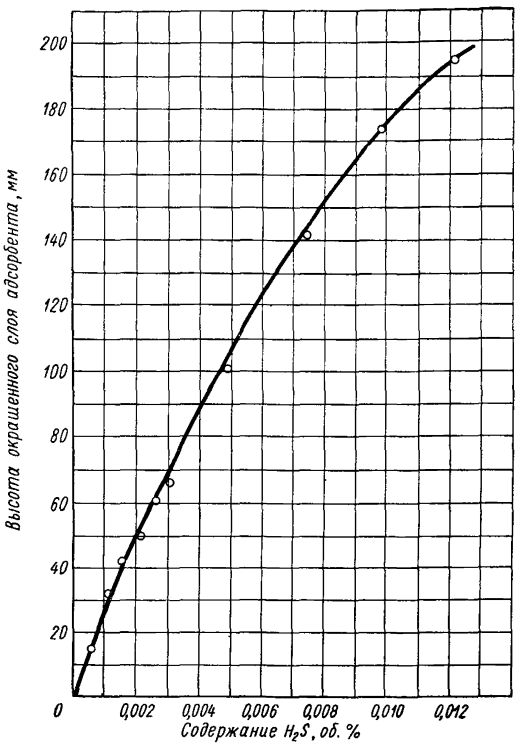
При сборке прибора металлическую линейку *1*, двухходовой кран *2*, медицинский шприц *3*, осушитель *4*, наполненный натронной известью, реометр *5* со шкалой, трехходовой кран *6* с винтовым зажимом *7* и реакционную трубку *8* крепят на панели размерами 75× ×30×3 *мм*.

Реакционную трубку *8* и медицинский шприц *3* крепят на панели при помощи разъемных колец так, чтобы они легко снимались — трубка *8* для заполнения ее адсорбентом, а шприц *3* для отбора анализируемого газа.

2. 3. 3. Реакционную трубку *8* предварительно заполняют обработанным силикагелем № 3 до метки «О». Чтобы силикагель не высыпался, нижний конец трубки на длину 5 *мм* заполняют ватой.

Силикагель вводят в трубку небольшими порциями при равномерном постукивании по всей длине трубки. Выше метки «О» на длину 10 *мм* трубку *8* заполняют необработанным силикагелем № 3. После заполнения трубку *8* крепят на панели.

Градуировочный график для определения малых концентраций сероводорода



Черт. 3

2. 3. 4. Шприц *3*, содержащий исследуемый газ, закрепляют в кольце на панели и соединяют конец резиновой трубки на шприце, зажатой зажимом, с отводом крана трубки *8*.

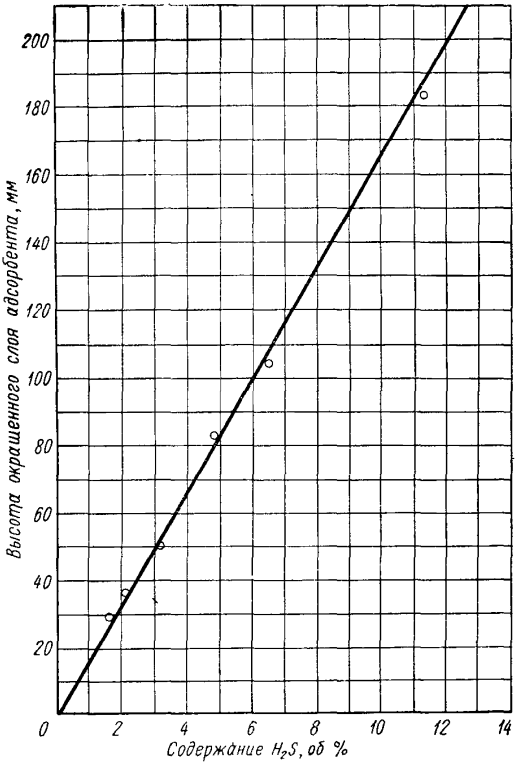
Металлическую линейку *1* укрепляют на панели так, чтобы нулевое деление на линейке совпало с меткой «О» на трубке *8*.

Двухходовой кран *2* соединяют при помощи вакуумной резиновой трубки с трубкой *8* и через соединительную стеклянную трубку — с осушителем *4*.

Реометр *5*, соединенный с трехходовым краном *6*, наполняют подкрашенной водой до нулевого деления.

Соединения на шлифах и краны смазывают смазкой ЦИАТИМ-221 и проверяют смонтированный прибор на герметичность.

Градуировочный график для определения больших концентраций сероводорода



Черт. 4

2. 3. 5. Перед проведением испытания устанавливают в системе прибора при помощи винтового зажима *7* скорость потока воздуха примерно 50 *мл/мин* по шкале реометра *5*. Воздух пропускают через кран *6* (положение *а*), реометр *5*, осушитель *4*, кран *2* и трубку *8* в атмосферу. После установления скорости потока воздуха кран *2* закрывают, а кран *6* переводят в положение *б*.

2. 4. Построение градуировочных графиков

2. 4. 1. Готовят 8—10 смесей воздуха и сероводорода с точно установленным содержанием сероводорода в смеси в пределах от 0,0005 до 0,1000 об. % и 6—8 смесей с содержанием сероводорода в смеси в пределах от 0,1 до 15,0 об. % и проводят анализ этих смесей, как указано в пп. 3. 1 и 3. 2.

По полученным данным строят градуировочные графики, на которых высоту окрашенного слоя адсорбента откладывают по оси ординат, а соответствующее содержание сероводорода в анализируемой смеси — по оси абсцисс.

В зависимости от поставленной задачи градуировочные графики могут быть построены для смесей с различным содержанием сероводорода.

Примерные градуировочные графики приведены на черт. 3 и 4.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3. 1. При определении малых концентраций сероводорода включают вакуумный насос *7* (см. черт. 1) и постепенно открывая кран *2* газовой пипетки *3* просасывают через капиллярную трубку *6* испытуемый газ в течение 10 *мин*.

Затем открывают кран *4* газовой пипетки и пропускают через нее и капиллярную трубку воздух в течение 5 *мин*, после чего измеряют высоту окрашенного слоя адсорбента при помощи металлической линейки *1* с точностью до 1 *мм*.

3. 2. При определении сероводорода при содержании его в анализируемом газе 0,1 об. % и более этот газ постепенно вводят шприцем *3* (см. черт. 2) в реакционную трубку *8*, для чего открывают кран на трубке *8* и зажим на резиновой трубке шприца. Скорость ввода газа в реакционную трубку регулируется свободным падением поршня шприца.

После ввода испытуемого газа пропускают через реакционную трубку воздух со скоростью, отрегулированной по п. 2. 3. 5.; при этом кран *6* открывают в положение *а* постепенно, а кран *2* открывают быстро. Избыток воздуха сбрасывают через винтовой зажим *7*. Воздух пропускают в течение 5 *мин*, после чего его направляют через кран *6* в положении *б* в атмосферу. Высоту окрашенного слоя адсорбента измеряют при помощи металлической линейки *1* с точностью до 1 *мм*.

3. 3. Отработанную часть адсорбента заменяют свежим после каждого анализа. Неокрашенный слой не заменяют.

3. 4. По полученной высоте окрашенного слоя адсорбента на градуировочном графике находят соответствующее данной высоте содержание сероводорода в исследуемом газе.

3. 5. Допускаемые расхождения для параллельных определений

3. 5. 1. Расхождения между результатами параллельных определений содержания сероводорода в исследуемом газе не должны превышать величин, указанных в таблице.

Содержание сероводорода в об. %	Допускаемые расхождения в % от результата анализа
До 0,1	15
От 0,1 до 1,0	10
Более 1,0	5

Замена

ГОСТ 5556—66 введен взамен ГОСТ 5556—50.