

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

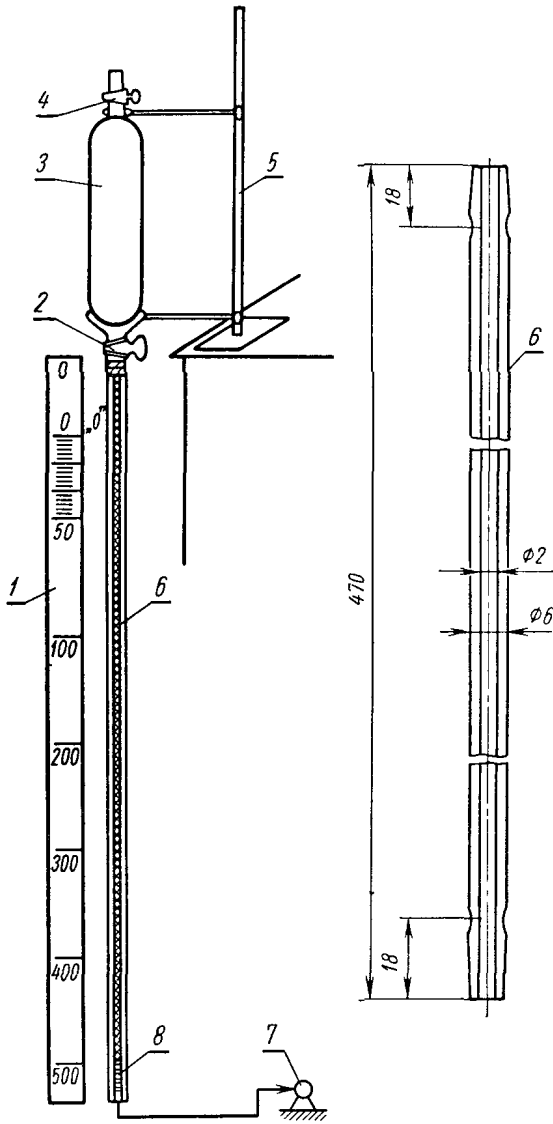
прибор для определения малых концентраций сероводорода (0,001—0,100 об. %) в следующем комплекте (черт. 1): реакционная капиллярная трубка *б* с металлической сеткой *8*, скрученной в виде цилиндра длиной 5 мм; газовая пипетка *3* вместимостью 500—600 мл (вместимость пипетки точно измеряют при температуре 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.
--	--	------------------------------

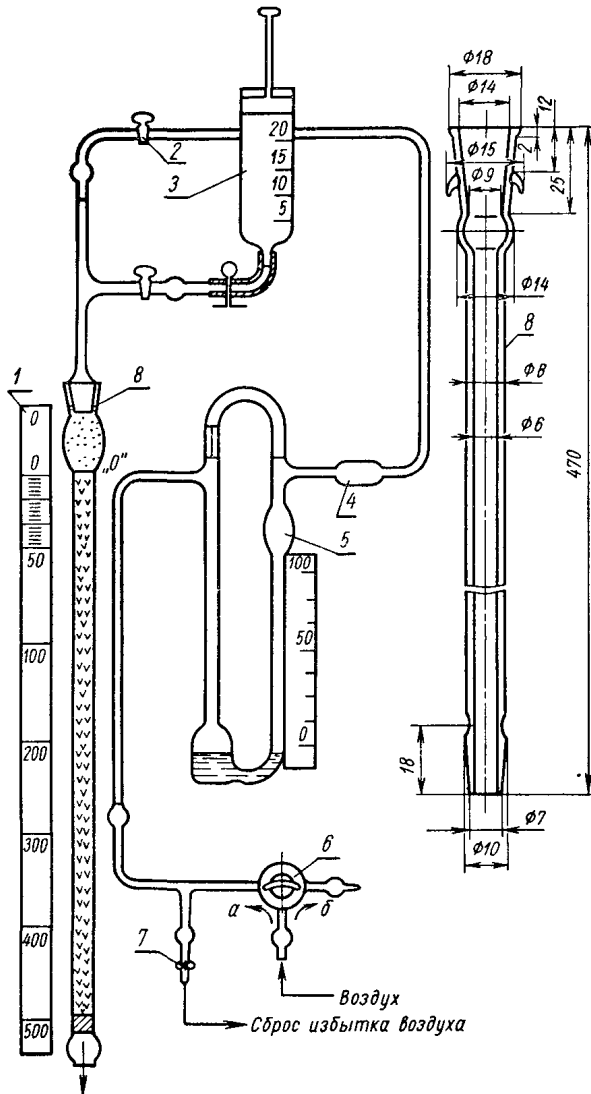
Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

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/см³, кажущаяся плотность 0,758 г/см³, истинная плотность 2,21 г/см³, 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 SO₄ 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 силикагель, 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 силикагелем 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 толстенной 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.

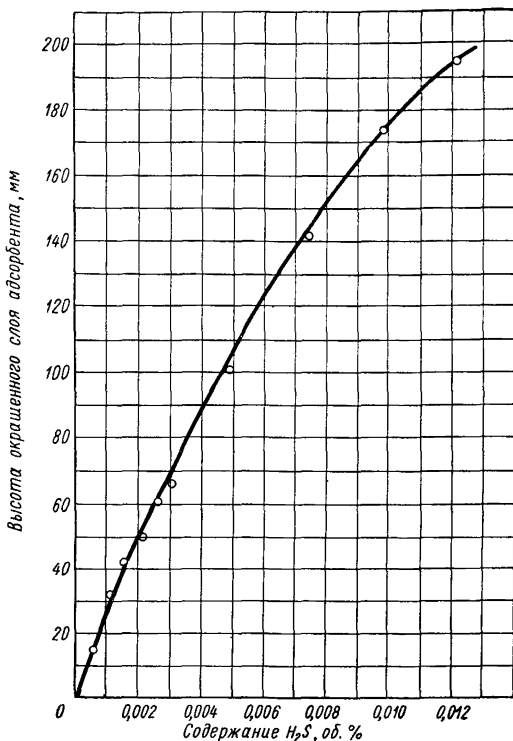
При сборке прибора металлическую линейку 1, двухходовой кран 2, медицинский шприц 3, осушитель 4, наолненный натронной известью, реометр 5 со шкалой, трехходовой кран 6 с винтовым зажимом 7 и реакционную трубку 8 крепят на панели размерами 75××30×3 мм.

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 трубки 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.

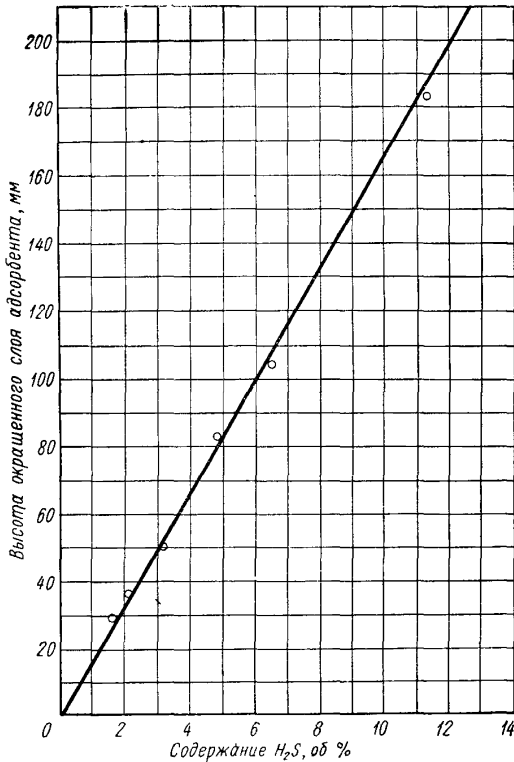
Металлическую линейку 1 укрепляют на панели так, чтобы нулевое деление на линейке совпало с меткой «О» на трубке 8.

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 *a* 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 *b* в атмосферу. Высоту окрашенного слоя адсорбента измеряют при помощи металлической линейки 1 с точностью до 1 мм.

3. 3. Отработанный 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.