МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГАЗЫ ГОРЮЧИЕ ПРИРОДНЫЕ

Метод определения ртути

ГОСТ 28726—90

Combustible natural gases.
Method for determination of mercury

МКС 75.060
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания ртути от 0,002 до 10,0 мг/м^3 в природных газах, объемная доля сероводорода в которых менее 0,01 %.

Метод заключается в абсорбции ртути из газа сернокислотным раствором марганцовокислого калия, восстановлении ионов ртути раствором хлорида олова (II) до элементарной ртути и отдувом ее из раствора потоком воздуха (азота) в газовую кювету атомно-абсорбционного спектрометра и измерении поглощения резонансной линии ртути с регистрацией пика на самописце.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы природного газа отбирают по ГОСТ 18917 непосредственно из газопровода, скважины, аппарата или другой емкости по пробоотборной линии через запорный вентиль в поглотительные склянки (без промежуточного отбора проб).

1.2. Соединения мест отбора газа с поглотительными склянками должны быть как можно короче и выполнены из нержавеющей стали.

1.3. Пробоотборные линии должны быть теплоизолированными или обогреваемыми.

Не допускается применять пробоотборные линии из металлов и сплавов, образующих амальгаму (медь, латунь, алюминий).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрометр беспламенный атомно-абсорбционный, обеспечивающий измерения при длине волны 253,7 нм.

Прибор, регистрирующий запись измерительного сигнала.

Весы аналитические не ниже 2-го класса точности.

Весы лабораторные технические типа ВЛТ-1.

Счетчик газовый типа ГСБ-400 для измерения объема газового потока до 200 м^3/ч.

Ротаметр с диапазоном измерения 10—200 дм^3/ч.

Барометр-анероид типа БАММ.

Термометр ртутный со шкалой от 0 °С до 50 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С.

Микрокомпрессор лабораторный типа ВК-1, МК-Л2 или другого типа.

Две склянки для промывания газа типа СН-1—100 по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Склянка для очистки газа (воздуха) вместимостью 100 см^3, заполненная активированным углем.

Склянка для очистки газа (воздуха) вместимостью 100 см^3, заполненная стеклянной ватой.

Колбы мерные вместимостью 100, 500, 1000 см^3, исполнения 2 или 4 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см^3, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные вместимостью 1, 5, 10, 100 см^3 по ГОСТ 29227.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Бюретка мерная вместимостью 25 см³, исполнения 1 по ГОСТ 29251.

Груши резиновые.

Трубки соединительные из нержавеющей стали для байпаса и потока пробы газа диаметром 4—6 мм.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч., раствор с массовой долей 4 %.

40 г марганцовокислого калия растворяют в бидистиллированной воде, объем раствора доводят до 1000 см³, отстаивают 48 ч и декантируют раствор из выделенного диоксида марганца. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. (ρ = 1,84 г/см³), раствор 1:1. При приготовлении раствора концентрированную серную кислоту осторожно приливают к бидистиллированной воде.

Абсорбционный раствор. Смешивают 4 объема раствора марганцовокислого калия с 1 объемом раствора серной кислоты.

Олова (II) хлорид (двухлористое) по ТУ 6.09.5393, ч. д. а., раствор с массовой долей 2 %. Для приготовления раствора 10 г хлорида олова (II) растворяют в 100 см³ концентрированной соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 500 см³ и доводят бидистиллированной водой до метки. Для удаления примесей ртути раствор в течение 1 ч продувают азотом или воздухом, очищенными от ртути. При хранении раствора в него добавляют немного оловянной фольги для предотвращения окисления хлорида олова.

Фольга оловянная по ГОСТ 18394.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а., раствор с массовой долей 1 %.

10 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в бидистиллированной воде и объем раствора доводят до 100 см³.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Вода дистиллированная — бидистиллят.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. (ρ = 1,19 г/см³), концентрированная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч. (ρ = 1,40 г/см³), концентрированная.

Царская водка (очищающий раствор). Смешивают 3 объема концентрированной соляной кислоты с 1 объемом концентрированной азотной кислоты.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ртуть (II) хлорид, ч. д. а.

Контрольные растворы ртути:

- раствор А концентрации 1 мг/см³:

Растворяют 676,7 мг хлорида ртути (II) в 500 см³ бидистиллированной воды в мерной колбе. (Для повышения стойкости раствора в него добавляют двухромовокислый калий так, чтобы его концентрация в растворе составляла не более 0,5 г/дм³). Раствор хранят не более 3 мес.

Для приготовления контрольного раствора ртути допускается использовать нитрат ртути (II).

- раствор В концентрации 10 мкг/см³:

10 см³ раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор хранят не более 2 недель.

- раствор С концентрации 1 мкг/см³:

10 см³ раствора В переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор готовят ежедневно.

При работе с солями ртути необходимо строго соблюдать меры предосторожности, они ядовиты.

Уголь активированный.

Азот газообразный чистый по ГОСТ 9293.

Вата стеклянная по ГОСТ 10727.

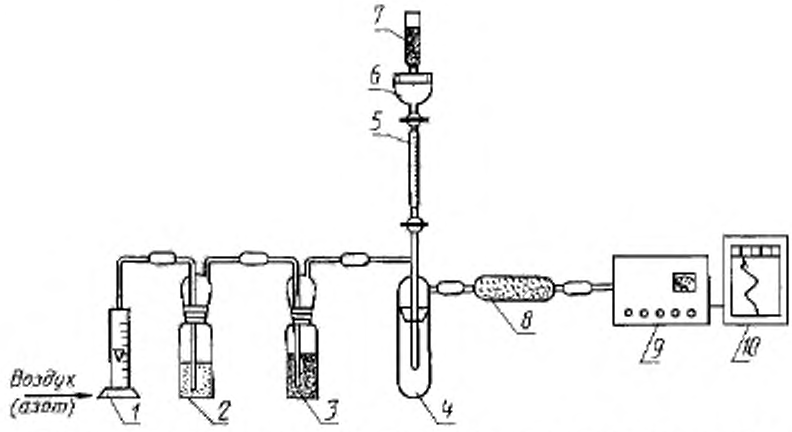
Трубки хлорвиниловые.

Примечание. Все реактивы должны быть чистыми с возможно низким содержанием ртути.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка установки

3.1.1. Установку для определения ртути в абсорбционном растворе собирают по схеме, представленной на чертеже.



1 — ротаметр; *2* — склянка для очистки воздуха (азота) с активированным углем; *3* — склянка для очистки воздуха со стеклянной ватой; *4* — реакционный сосуд; *5* — мерная бюретка; *6* — воронка; *7* — хлоркальциевая трубка, заполненная активированным углем, *8* — трубка со стеклянной ватой; *9* — атомно-абсорбционный спектрометр; *10* — регистрирующий прибор

3.1.2. Всю стеклянную посуду и стеклянные соединения тщательно промывают царской водкой.

3.1.3. Для очистки и осушки пробоотборных трубок и кранов от смазки и других загрязнений используют этиловый спирт. Не допускается применять ацетон.

3.1.4. Для сборки установки используют хлорвиниловые трубки.

3.1.5. Склянки (*2, 3*) заполняют соответственно активированным углем и стеклянной ватой для очистки воздуха (азота) от примесей ртути.

3.1.6. Подготавливают к работе спектрометр в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

3.1.7. Всю систему в течение 5—10 мин продувают воздухом (азотом) при постоянной скорости, не превышающей 100 дм^3/ч.

3.2. Градуировка прибора

3.2.1. Градуируют прибор на той же установке.

3.2.2. Воронку заполняют раствором хлорида олова (II).

3.2.3. В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вводят соответственно 1, 3, 5, 8, 10 см^3 контрольного раствора ртути (С) (1 см^3 = 1 мкг Hg) и доводят бидистиллированной водой до метки.

3.2.4. Для определения ртути в каждом образце из колбы отбирают пипеткой 10 см^3 раствора и переносят в реакционный сосуд.

Контрольные образцы измеряют последовательно по мере уменьшения содержания ртути.

3.2.5. Устанавливают поток воздуха (азота) с постоянной скоростью, не превышающей 100 дм^3/ч, и из мерной бюретки вводят 5 см^3 раствора хлорида олова (II) в реакционный сосуд. Отдувают образующуюся элементарную ртуть в газовую кювету атомно-абсорбционного спектрометра.

3.2.6. На регистрирующем приборе измеряют высоты (площади) пиков, соответствующие каждому контрольному образцу.

После измерений пика каждого образца (повторяют 2—3 раза) систему продувают в течение 5—10 мин воздухом (азотом) через сухой реакционный сосуд.

3.2.7. Измеренные высоты (площади) пиков наносят на градуировочный график, соотнося их с абсолютными значениями массы ртути в 10 см^3 раствора контрольного образца. Градуировочную кривую на графике продлевают до нулевой точки.

3.2.8. При применении новых растворов градуировочную кривую строят заново.

Градуировочную кривую проверяют ежедневно минимум по двум контрольным образцам.

3.3. Абсорбция ртути из анализируемого газа

3.3.1. В две поглотительные склянки заливают по 40 см^3 абсорбционного раствора и последовательно соединяют встык полиэтиленовыми муфтами. Выходную трубку второго поглотительного сосу-

да присоединяют к ротаметру и газовому счетчику. Входную трубку первого сосуда через вентиль присоединяют к пробоотборной линии низкого давления.

3.3.2. Пробоотборную линию продувают анализируемым газом через байпасный отвод (тройник), установленный перед входным вентилем в поглотительные сосуды.

3.3.3. Регулируя вентилем, расположенным после байпаса, устанавливают поток анализируемого газа через поглотительные склянки со скоростью 40—100 дм^3/ч.

3.3.4. Объем пропускаемого газа ориентировочно должен соответствовать указанному в табл. 1.

Таблица 1

Предполагаемая концентрация ртути в газе, мг/м^3	Объем пропускаемого газа, дм^3	Аликвотная часть абсорбционного раствора, см^3
До 0,1	100	10
Св. 0,1 до 1,0	20	5
» 0,1 » 10,0	10	1

3.3.5. После пропускания необходимого количества анализируемого газа фиксируют его объем, температуру газа в газовом счетчике и барометрическое давление.

3.3.6. Поглотительные склянки отсоединяют от пробоотборной линии и растворы количественно переносят в колбы с притертыми пробками, смывая бидистиллированной водой. Раствор для дальнейшего определения ртути допускается использовать в течение 1 мес.

Вторая поглотительная склянка является контрольной на проскок ртути и анализируется отдельно.

3.3.7. Если в процессе абсорбции поглотительный раствор в первой склянке теряет фиолетовую окраску, то испытание повторяют, пропуская меньшие объемы газа.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Восстанавливают избыток марганцовокислого калия в абсорбционном растворе после пропуска газа до полного обесцвечивания раствором гидроксиламина гидрохлорида. Раствор гидроксиламина (около 10 см^3) добавляют по каплям так, чтобы избежать разогревания раствора.

Затем абсорбционный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой.

4.2. Из мерной колбы отбирают 10 см^3 раствора или другую аликвотную часть в соответствии с табл. 1 и переносят в реакционный сосуд для дальнейшего измерения ртути на спектрометре.

Общий объем раствора на измерение должен быть постоянным, поэтому, если берут аликвоту менее 10 см^3, его доводят до 10 см^3 бидистиллированной водой.

4.3. При вышедшем на режим приборе и установленной постоянной скорости потока воздуха (азота), не превышающей 100 дм^3/ч, в реакционный сосуд приливают 5 см^3 раствора хлорида олова (II), быстро открывая и закрывая кран у бюретки.

4.4. На регистрирующем приборе измеряют значение пика и по градуировочному графику определяют массу ртути в аликвотной части абсорбционного раствора.

4.5. Количество ртути в анализируемой пробе необходимо измерять при тех же условиях, как при измерении ртути в контрольном образце.

4.6. Поправку на чистоту реактивов (на примеси ртути) определяют аналогично описанному выше, исключая пропускание газа через абсорбционный раствор, и при тех же условиях.

Поправку определяют не реже одного раза в неделю, а также при замене растворов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Концентрацию ртути (C_{Hg}) в газе при 20 °С и 101,325 кПа, мг/м^3, вычисляют по формуле

$$C_{Hg} = \frac{10 \cdot \left[\frac{m \cdot 10}{a} - m_b\right]}{V},$$

где m — масса ртути, найденная по градуировочному графику, в аликвотной части абсорбционного раствора, мкг;

m_b — масса ртути, найденная по градуировочному графику, при определении поправки на чистоту реактива, мкг;

a — аликвотная часть абсорбционного раствора, взятая на измерение, см^3;

V — объем газа, пропускаемого через абсорбционный раствор, приведенный к стандартным условиям (20 °С и 101,325 кПа), дм^3. Объем газа вычисляют по формуле

$$V = V' \cdot \frac{293{,}15}{(273{,}15 + t)} \cdot \frac{P_0}{101{,}325},$$

где V' — объем газа, измеренный по газовому счетчику, дм^3;

t — температура газа в газовом счетчике, °С;

P_0 — барометрическое давление, кПа.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1. Сходимость

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Концентрация ртути в газе, мг/м^3	Сходимость метода, %
От 0,002 до 0,020	20
Св. 0,020 » 0,100	8
Св. 0,1	5

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух определений.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным газовым концерном «Газпром»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 01.11.90 № 2792

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6751—89

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4220—75	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 9293—74	Разд. 2
ГОСТ 10727—91	Разд. 2
ГОСТ 18300—87	Разд. 2
ГОСТ 18394—73	Разд. 2
ГОСТ 18917—82	Разд. 2
ГОСТ 20490—75	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 29227—91	Разд. 2
ГОСТ 29251—91	Разд. 2
ТУ 6.09.5393—88	Разд. 2

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

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 10062—75	Газы природные горючие. Метод определения удельной теплоты сгорания	3
ГОСТ 18917—82	Газ горючий природный. Методы отбора проб	20
ГОСТ 20060—83	Газы горючие природные. Методы определения содержания водяных паров и точки росы влаги	25
ГОСТ 20061—84	Газы горючие природные. Метод определения температуры точки росы углеводородов	36
ГОСТ 22387.2—97	Газы горючие природные. Методы определения сероводорода и меркаптановой серы	40
ГОСТ 22387.3—77	Газы природные. Метод определения кислорода	64
ГОСТ 22387.4—77	Газ для коммунально-бытового потребления. Метод определения содержания смолы и пыли	66
ГОСТ 22387.5—77	Газ для коммунально-бытового потребления. Методы определения интенсивности запаха	68
ГОСТ 26374—84	Газы горючие природные. Метод определения общей и органической серы	74
ГОСТ 27193—86	Газы горючие природные. Метод определения теплоты сгорания водяным калориметром	81
ГОСТ 28726—90	Газы горючие природные. Метод определения ртути	90

ГАЗЫ ПРИРОДНЫЕ ГОРЮЧИЕ

Методы анализа

БЗ 9—2004

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *О. Н. Власова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А. П. Финогеновой*

Сдано в набор 21.11.2005. Подписано в печать 20.12.2005. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 11,16. Уч.-изд. л. 9,00. Тираж 400 экз. Изд. № 3377/2 Зак. 2525. С 2272.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru

Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru