24975.4-89

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЭТИЛЕН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАКА

ГОСТ 24975.4—89
(СТ СЭВ 1503—79)

Издание официальное

3 коп. БЗ 11—89/948

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.715.332.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЭТИЛЕН

Метод определения аммиака

Ethylene. Method for determination of ammonia

ГОСТ 24975.4—89 (СТ СЭВ 1503—79)

ОКСТУ 2409

Срок действия с 01.01.91 до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на этилен и устанавливает метод определения аммиака.

Метод основан на поглощении содержащегося в газе аммиака раствором серной кислоты с последующим фотоэлектроколориметрическим (спектрофотометрическим) определением с помощью реактива Несслера и позволяет определять аммиак в пределах объемных долей 0,00003—0,003%.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы отбирают по ГОСТ 24975.0.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр типа СФ-26 или СФ-46 или колориметр фотоэлектрический типа ФЭК-56 М, КФК-2 или другого типа со светофильтром, имеющим максимум пропускания при длине волны (435±10) нм, и с кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Счетчик газовый барабанный типа ГСБ-400, позволяющий измерять расход газа с погрешностью не более 100 $см^3/ч$.

Электрошкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий нагрев до температуры (105±5) °С.

Секундомер по ГОСТ 5072.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990

Склянки для промывания газов СН-1-200 по ГОСТ 25336 с фильтром из спекшегося стеклянного порошка с размером пор 100—160 мкм по ГОСТ 25336 или с насадками из газопромывателя типа ГФП (или ГФИ) с таким же фильтром или склянки аналогичного типа.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—1 (2)—2, 4—1 (2)—2, 6—1 (2)—10 или 7—1 (2)—10 по ГОСТ 20292.

Стакан Н-1—150 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,02 моль/дм^3 (0,02 н.).

Реактив Несслера, готовят по ГОСТ 4517 или применяют выпускаемый промышленностью; перед применением реактив проверяют на соответствие оптической плотности и чувствительности к ионам NH_4^+, по установленным в нормативно-технической документации нормам.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч., высушенный до постоянной массы при (105±5)°С.

Раствор массовой концентрации ионов аммония в пересчете на аммиак 0,01 мг/см^3 (раствор 1) готовят по мере необходимости из концентрированного раствора следующим образом: 3,144 г хлористого аммония (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, тщательно перемешивают и приливают воду до метки; полученный концентрированный раствор при подготовке к выполнению измерений разбавляют водой в 100 раз.

Вода дистиллированная, не содержащая аммиака и аммонийных солей, по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 1, 2, 3, 4, 5, . . . ,10 см^3 раствора 1, по 50 см^3 раствора серной кислоты, по 2 см^3 реактива Несслера и приливают раствор серной кислоты до метки. Через 2—3 мин измеряют оптическую плотность полученных растворов по отношению к контрольному раствору.

Для приготовления контрольного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2 см^3 реактива Несслера и доводят

объем раствора раствором серной кислоты до метки. После внесения каждого реактива растворы тщательно перемешивают.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массы аммиака.

3.2 Общие указания по проведению анализа по ГОСТ 27025.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Через две последовательно соединенные поглотительные склянки для промывания газов, содержащие по 50 см³ раствора серной кислоты, пропускают со скоростью не более 50 дм³/ч не менее 40 дм³ пробы этилена. Расход газа измеряют при помощи газового счетчика. Поглотительные растворы количественно переносят из склянок в стакан, склянки тщательно ополаскивают небольшими порциями дистиллированной воды, промывные воды присоединяют к раствору в стакане и выпаривают до объема приблизительно 60 см³. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 30 см³ дистиллированной воды, 2 см³ реактива Несслера, перемешивают, доводят объем раствора водой до метки и снова перемешивают. Через 2—3 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору (см. п. 3.1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Объемную долю аммиака (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m\cdot 100\cdot 22{,}4}{V\cdot 17{,}03\cdot 1000},$$

где m — масса аммиака, определенная по градуировочному графику, мг;

V — объем пропущенного газа, приведенный к нормальным условиям (0°С и 101,3 кПа (760 мм рт. ст.)), дм³;

17,03 — молекулярная масса аммиака, г.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,00002%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,00002% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

Результат округляют до четвертого десятичного знака.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В. К. Зизюкин, канд. техн. наук; **Л. С. Советова**, канд. хим. наук; **Н. Ф. Егорова**, канд. хим. наук; **З. С. Смирнова**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.89 № 3758

3. Срок первой проверки — 1994 г.

   Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 1503—79

5. Взамен ГОСТ 24975.4—81

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3773—72	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4517—87	2
ГОСТ 5072—79	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 24975.0—89	1.1
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 27025—86	3.2

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Л. А. Никитина*
Корректор *Л. А. Быкова*

Сдано в наб. 04.01.90 Подп. в печ. 19.03.90 0,5 усл. печ. л., 0,5 усл. кр.-отт. 0,26 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 3 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1488

gost.e-ecolog.ru