ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

# ГАЗ ДЛЯ КОММУНАЛЬНО-БЫТОВОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ

## МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

## ГОСТ 22387.2—83 (СТ СЭВ 3763—82), ГОСТ 22387.3-77—ГОСТ 22387.5-77

Издание официальное

Цена 10 коп

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.76 : 543.06 : 006.354 Группа Б19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ГАЗЫ ГОРЮЧИЕ ПРИРОДНЫЕ

## Методы определения сероводорода и меркаптановой серы

Natural combustible gases. Methods for determination of hydrogen sulphide and sulphur mercaptan

**ГОСТ 22387.2—83**

**(СТ СЭВ 3763—82)**

**Взамен ГОСТ 17556—81, ГОСТ 22387.2—77**

ОКСТУ 0209

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 декабря 1983 г. № 6486 срок действия установлен**

**с 01.01.85**

**до 01.01.90**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения:

сероводорода:

йодометрический — при концентрации сероводорода от 0,010 г/м³ и более,

фотоколориметрический — при концентрации сероводорода не более 0,025 г/м³,

меркаптановой серы:

йодометрический — при концентрации меркаптановой серы более 0,010 г/м³,

потенциометрический — при концентрации меркаптановой серы не более 0,050 г/м³.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3763—82.

## 1. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРОВОДОРОДА

Метод заключается в поглощении сероводорода из газов подкисленными растворами уксуснокислого или хлористого кадмия и последующем йодометрическом титровании.

1.1. Определение сероводорода при его концентрации от 0,010 до 0,200 г/м³

1.1.1. *Отбор проб*

Пробы природного газа отбирают в соответствии с ГОСТ 18917—82 непосредственно из газопровода, скважины, аппарата или другой емкости по пробоотборной линии через запорный вен-

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

*Переиздание. Август 1987 г.*

© Издательство стандартов, 1987

тиль в поглотительные склянки, подключенные непосредственно к пробоотборной линии.

Перед отбором проб для анализа пробоотборные линии продувают испытуемым газом.

1.1.2. *Аппаратура и реактивы*

Счетчик газовый (с жидкостным затвором), вместимостью 2—5 $дм^3$ типа ГСБ-400.

Барометр типа БАМ.

Склянка СН-1—200 ГОСТ 25336—82 или аналогичного типа.

Колба коническая, вместимостью 250, 500 $см^3$ ТС, ГОСТ 25336—82.

Колба мерная, вместимостью 1000 $см^3$, исполнения 1 или 2, ГОСТ 1770—74.

Бюретки вместимостью 25 $см^3$, исполнения 1 или 2, 3, 4, 5, ГОСТ 20292—74 с ценой деления 0,1 $см^3$.

Пипетки вместимостью 10, 25 $см^3$, исполнения 2 или 6, 7, вместимостью 50 $см^3$, исполнения 2, ГОСТ 20292—74.

Цилиндры вместимостью 10, 25, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770—74.

Термометр ТЛ-4 4-А ГОСТ 215—73 со шкалой от 0 до +55°С, с ценой деления 0,1°С.

Кадмий хлористый, ГОСТ 4330—76, 10%-ный подкисленный водный раствор: 100 г $CdCl_2 \cdot 2{,}5H_2O$, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты 1 : 1 и доводят дистиллированной водой до 1000 $см^3$.

Кадмий уксуснокислый, ГОСТ 5824—79, 3%-ный раствор: 30 г $Cd(CH_3COO)_2$, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 10 $см^3$ концентрированной уксусной кислоты и доводят водой до 1000 $см^3$.

Кислота соляная, ГОСТ 3118—77, ($\rho$=1,19 г/$см^3$), растворы 1 : 1 и 0,1 моль/$дм^3$.

Йод, титрованные растворы 0,1; 0,05; 0,01 моль/$дм^3$.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), титрованные растворы 0,1; 0,05, 0,01 моль/$дм^3$.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота уксусная, ГОСТ 61—75.

Калий йодистый, ГОСТ 4232—74.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709—72.

1.1.3. *Подготовка к испытанию*

В две поглотительные склянки заливают по 50 $см^3$ раствора хлористого кадмия или, при отсутствии меркаптанов, раствора уксуснокислого кадмия. Склянки соединяют последовательно встык резиновыми или полиэтиленовыми муфтами. Входную трубку первой склянки присоединяют встык к пробоотборной линии, а выходную трубку второй склянки — к газовому счетчику. Собран-

ную аппаратуру проверяют на герметичность. Пробоотборную линию продувают испытуемым газом через тройник, установленный перед входом в поглотительные склянки.

Концентрация применяемых титрованных растворов для йодометрического титрования, скорость и объем газа для испытания зависят от концентрации сероводорода в испытуемом газе.

Концентрации растворов и объемы проб для газов с содержанием сероводорода до 0,200 г/м³ приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Концентрация сероводорода, г/м³ | Концентрация титрованных растворов, моль/дм³ | Объем пробы газа, дм³ |
|---|---|---|
| Св. 0,010 до 0,050 | От 0,01 до 0,05 | Св. 30 до 80 |
| » 0,050 » 0,100 | 0,1 | » 20 » 30 |
| » 0,100 » 0,200 | 0,1 | Не более 10 |

1.1.4. *Проведение испытаний*

1.1.4.1. Через склянки с поглотительным раствором пропускают газ со скоростью не более 1,5 дм³/мин, следя за тем, чтобы поглотительный раствор во второй склянке оставался прозрачным.

Регистрируют температуру, барометрическое давление и записывают показания газового счетчика.

1.1.4.2. После окончания пропускания газа содержимое поглотительных склянок переводят количественно в коническую колбу, тщательно обмывают стенки дистиллированной водой, сливая ее в ту же колбу. В колбу пипеткой приливают 10 см³ раствора йода и, убедившись в избытке йода по бурой окраске раствора, титруют избыток йода раствором тиосульфата натрия до светло-желтого цвета, приливают 1 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

1.1.4.3. Параллельно с проведением анализа проводят контрольный опыт, как описано выше, но без пропускания газа не реже одного раза в день.

1.1.5. *Обработка результатов*

1.1.5.1. Массовую концентрацию сероводорода ($X$) в г/м³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot C \cdot 17}{V_2},$$

где $V$ — объем титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора без пропускания газа, см³;

$V_1$ — объем титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора после пропускания испытуемого газа, см³;

$C$ — концентрация титрованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

17 — масса сероводорода, соответствующая 1 см³ титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации точно 1 моль/дм³, мг;

$V_2$ — объем испытуемого газа, измеренный по газовому счетчику и приведенный к 20°С и 101,325 кПа, дм³.

Объемную долю сероводорода в испытуемом газе ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V \cdot V_1) \cdot C \cdot 11{,}88 \cdot 100}{V_2 \cdot 1000},$$

где $V$ — объем титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора без пропускания газа, см³;

$V_1$ — объем титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора после пропускания испытуемого газа, см³;

$C$ — концентрация титрованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

11,88 — объем сероводорода, соответствующий 1 см³ титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации точно 1 моль/дм³, см³;

$V_2$ — объем испытуемого газа, измеренный по газовому счетчику и приведенный к 20°С, 101,325 кПа, дм³.

При проведении двух измерений за результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Концентрация сероводорода, г/м³ | Допускаемые расхождения между последовательными определениями, г/м³ |
|---|---|
| Не более 0,020 | 0,002 |
| Св. 0,020 до 0,050 | 0,005 |
| » 0,050 » 0,100 | 0,010 |
| » 0,100 » 0,200 | 0,015 |

1.2. Определение сероводорода при его концентрации в газе от 0,200 до 6 г/м³

1.2.1. Определение сероводорода при его концентрации от 0.200 до 6 г/м³ проводят, как указано в п. 1.1, но поток газа

через поглотительные склянки регулируют со скоростью не более 20 дм³/ч. Применяют титрованные растворы концентрации 0,1 моль/дм³. Объемы проб газа в зависимости от концентрации сероводорода и допускаемые расхождения между последовательными определениями приведены в табл. 3.

Таблица 3

| Концентрация сероводорода, г/м³ | Объем пробы газа, дм³ | Допускаемые расхождения между последовательными определениями, г/м³ |
|---|---|---|
| Св. 0,2 до 0,5 | Св. 10 до 20 | 0,03 |
| » 0,5 » 2,0 | » 5 » 10 | 0,10 |
| » 2,0 » 6,0 | Не более 1,5 | 0,30 |

1.3. Определение сероводорода при его концентрации в газе более 6 г/м³

1.3.1. Определение сероводорода при его концентрации в газе более 6 г/м³ проводят путем отбора испытуемого газа в стеклянные газовые пипетки и последующего вытеснения отобранной пробы газа инертным вытеснительным газом в поглотительные склянки.

1.3.2. *Отбор проб*

Пробы газа отбирают в сухие, тарированные по объему, стеклянные газовые пипетки.

В зависимости от предполагаемой концентрации сероводорода объем газа, отбираемый на испытание в пипетки, должен соответствовать указанному в табл. 4.

Таблица 4

| Концентрация сероводорода, г/м³ | Объем пробы газа, см³ | Допускаемые расхождения между последовательными определениями, г/м³ |
|---|---|---|
| Св. 6 до 15 | Св. 500 до 1000 | 0,4 |
| » 15 » 20 | » 200 » 500 | 1,0 |
| » 20 » 40 | » 100 » 200 | 2,0 |
| » 40 » 80 | » 50 » 100 | 3,0 |
| » 80 | До 50 | 4,0 |

Пипетку с открытыми кранами присоединяют к предварительно продутой пробоотборной линии.

Для отбора пробы пипетку продувают испытуемым газом в течение 3—5 мин так, чтобы объем пробы газа, пропущенного через пипетку, был не менее ее 10—15-кратного объема. Закрывают выходной, а затем быстро входной краны пипетки, но так, чтобы

давление в пипетке было несколько выше атмосферного, и отсоединяют пипетку от пробоотборной линии. Следует принять меры, предупреждающие возможность разрушения пипетки от избыточного давления.

1.3.3. *Аппаратура и реактивы*

Аппаратура, применяемая для определения сероводорода (п. 1.1.2).

Пипетка для отбора газа вместимостью 50, 100, 200, 500 и 1000 $см^3$, исполнения 1 или 2, ГОСТ 18954—73.

Азот газообразный, ГОСТ 9293—74 (вытеснительный газ).

1.3.4. *Подготовка к испытанию*

Пипетку с пробой газа выдерживают при комнатной температуре не менее 20—30 мин и затем давление газа в пипетке приводят к атмосферному, сбрасывая избыточное давление через маностат. Регистрируют температуру и давление воздуха в помещении.

Пипетку с пробой газа закрепляют в вертикальном положении. Нижний отвод присоединяют к линии подачи вытеснительного газа (азот или другой вытеснительный газ).

В две поглотительные склянки заливают по 50 $см^3$ подкисленного 10%-ного раствора хлористого кадмия и склянки соединяют встык резиновыми муфтами. Первую склянку присоединяют к верхнему отводу пипетки с пробой газа, к выходной трубке второй поглотительной склянки присоединяют газовый счетчик.

При концентрациях сероводорода более 80 $г/м^3$ количество поглотительных склянок выбирают так, чтобы поглотительный раствор в последней склянке оставался прозрачным.

1.3.5. *Проведение испытаний*

Пробу газа из пипетки продувают 10—15-кратным объемом вытеснительного газа через поглотительные склянки. В начале продувки скорость газа устанавливают 1—2 пузырька в секунду. Когда основная часть газа будет вытеснена в раствор, скорость потока постепенно увеличивают до 20 $дм^3/ч$. Объем вытеснительного газа контролируют газовым счетчиком на выходе из поглотительной склянки.

Сероводород определяют по п. 1.1.4.2, но применяют титрованные растворы йода и тиосульфата натрия концентрации 0,1 $моль/дм^3$.

1.3.6. *Обработка результатов*

Обработка результатов — по п. 1.1.5, принимая в формулах за $V_2$ — объем испытуемого газа, равный объему газовой пипетки и приведенный к 20°С и 101,325 $кПа \cdot дм^3$. Допускаемые расхождения между последовательными определениями приведены в **табл. 4.**

## 2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРОВОДОРОДА

Метод заключается в поглощении сероводорода из испытуемого газа подкисленным раствором уксуснокислого цинка (или кадмия) и в последующем фотоколориметрическом или спектрофотометрическом определении метиленового синего, образующегося в кислой среде при взаимодействии сернистого цинка с N,N-диметил-*п*-фенилендиамином в присутствии хлорного железа.

2.1. Отбор проб

Отбор проб — по п. 1.1.1.

2.2. Аппаратура и реактивы

Фотоколориметр или спектрофотометр с длиной волны от 600 до 680 нм.

Склянка СН-1—100 ГОСТ 25336—82 или аналогичного типа.

Счетчик газовый (с жидкостным затвором), вместимостью 2—5 дм$^3$, типа ГСБ-400.

Барометр типа БАМ.

Колба коническая, вместимостью 250 см$^3$, ГОСТ 25336—82.

Бюретка вместимостью 25 см$^3$, исполнения 1 или 2, 3, 4, 5, ГОСТ 20292—74, с ценой деления 0,1 см$^3$.

Пипетки вместимостью 1 и 2 см$^3$, исполнения 1 или 2, 4, 5; вместимостью 5 и 10 см$^3$ исполнения 2 или 6, 7; вместимостью 20 и 50 см$^3$ исполнения 2, ГОСТ 20292—74.

Цилиндры вместимостью 50, 200 см$^3$, ГОСТ 1770—74.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 1000 см$^3$, исполнения 1 или 2, ГОСТ 1770—74.

Цинк уксуснокислый, ГОСТ 5823—78, 2%-ный раствор (поглотительный): 23,9 г $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, взвешенных с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 1 дм$^3$ дистиллированной воды и добавляют несколько капель концентрированной уксусной кислоты до осветления раствора. Перед использованием через раствор пропускают небольшой поток азота.

N,N-диметил-*п*-фенилендиамин сернокислый (или солянокислый), раствор; 0,11 г N,N-диметил-*п*-фенилендиамина сернокислого (или 0,30 г солянокислого), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 см$^3$ серной (соляной) кислоты, разбавленной 2 : 1. Раствор хранят в склянке из темного стекла и используют в течение 10 дней.

Железо хлорное, ГОСТ 4147—74, раствор: 2,7 г $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, взвешенных с погрешностью 0,1 г, растворяют в 50 см$^3$ соляной кислоты ($\rho$=1,19 г/см$^3$) и разбавляют дистиллированной водой до 100 см$^3$.

Кислота серная ($\rho$=1,84 г/см$^3$), ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная ($\rho$=1,19 г/см$^3$), ГОСТ 3118—77.

Йод, титрованный раствор, 0,01 моль/дм$^3$.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), титрованный раствор, 0,01 моль/дм³.

Натрий сернистый ГОСТ 2053—77, основной раствор: 0,7 г сернистого натрия, взвешенных с погрешностью не менее 0,1 г, растворяют в 1 дм³ свежепрокипяченной, охлажденной дистиллированной воды.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709—72.

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика применяют приблизительно 0,01 моль/дм³ раствор сернистого натрия, точную концентрацию которого определяют йодометрическим титрованием.

К 25 см³ титрованного раствора йода, разбавленного водой до 50 см³, добавляют пипеткой 20 см³ раствора сернистого натрия. Во избежание окисления сернистого натрия кислородом воздуха раствор добавляют под уровень йодсодержащего раствора. Избыток йода титруют раствором тиосульфата натрия при добавлении крахмала как индикатора.

Концентрацию раствора сернистого натрия определяют как среднее арифметическое результатов трех определений.

1 см³ титрованного раствора йода 0,01 моль/дм³ соответствует 170 мкг сероводорода.

Основной раствор сернистого натрия разбавляют кипяченой охлажденной дистиллированной водой, при этом отбирают пипеткой 25 см³ этого раствора в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают до метки дистиллированной водой.

В мерные колбы вместимостью по 50 см³ отмеряют по 30 см³ раствора уксуснокислого цинка и под уровень его добавляют последовательно в каждую колбу 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0 см³ разбавленного раствора сернистого натрия.

В каждую мерную колбу вводят пипеткой 5,0 см³ раствора диамина, смешивают, добавляют 1 см³ раствора хлорного железа, вновь тщательно перемешивают и доливают до метки водой.

Оптическую плотность измеряют через 30 мин, сопоставляя ее с контрольным раствором. В качестве контрольного применяют те же растворы, но без добавления сернистого натрия. Измерение оптической плотности проводят при максимальной абсорбции (около 660 нм).

Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массу сероводорода в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Градуировочный график проверяют при каждом новом приготовлении растворов.

2.3.2. В две поглотительные склянки заливают по 30 см³ раствора уксуснокислого цинка. Склянки соединяют последовательно встык. Входную трубку первой склянки подключают к пробоотборной линии испытуемого газа, а выходную трубку второй склянки — к газовому счетчику. Вторая склянка является контрольной на проскок сероводорода.

2.4. Проведение испытаний

Пробоотборную линию продувают испытуемым газом через тройник, установленный перед входом в поглотительные склянки. Поток газа направляют через поглотительные склянки со скоростью, не превышающей 0,5 дм³/мин, следя за тем, чтобы поглотительный раствор во второй склянке оставался прозрачным.

Объемы газа для испытания приведены в табл. 5.

Таблица 5

| Концентрация сероводорода, г/м³ | Объем газа на испытание, дм³ |
|---|---|
| Св. $0{,}1\cdot10^{-3}$ до $1{,}0\cdot10^{-3}$ | Св. 50 |
| » $1{,}0\cdot10^{-3}$ » $5{,}0\cdot10^{-3}$ | » 5 до 30 |
| » $5{,}0\cdot10^{-3}$ » $25{,}0\cdot10^{-3}$ | » 1 » 5 |

После окончания пропуска газа записывают показания газового счетчика, температуру и барометрическое давление. Отсоединяют поглотительные склянки от пробоотборной линии и газового счетчика.

В первую склянку добавляют 5 см³ раствора диамина, перемешивают, добавляют 1 см³ раствора хлорного железа и вновь перемешивают. Затем содержимое склянки переводят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доливают до метки дистиллированной водой.

Измеряют оптическую плотность раствора при тех же условиях, как и при построении градуировочного графика по п. 2.3.1.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую концентрацию сероводорода ($X$) в г/м³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C}{V \cdot 1000},$$

где $C$ — концентрация сероводорода в испытуемом растворе, находят по градуировочному графику в зависимости от измеренной оптической плотности, мкг;

$V$ — объем испытуемого газа, измеренный газовым счетчиком и приведенный к 20°С и 101,325 кПа, дм³.

При проведении двух измерений за результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных опреде-

лений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

| Концентрация сероводорода, г/м³ | Допускаемые расхождения, г/м³ |
|---|---|
| До $1 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}2 \cdot 10^{-3}$ |
| Св. $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ | $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ |
| » $5 \cdot 10^{-3}$ до $25 \cdot 10^{-3}$ | 10% от полученного среднего значения |

## 3. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕРКАПТАНОВОЙ СЕРЫ

Метод заключается в поглощении меркаптанов из предварительно очищенного от сероводорода испытуемого газа щелочным раствором хлористого кадмия и последующем йодометрическом титровании образовавшегося меркаптида кадмия.

3.1. Отбор проб

Отбор проб — по п. 1.1.1.

3.2. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы, аналогичные применяемым для определения сероводорода по п. 1.1.2, за исключением уксуснокислого кадмия, уксусной кислоты и подкисленного раствора хлористого кадмия.

Кадмий хлористый ГОСТ 4330—76, 10%-ный раствор.

Натрия гидроокись ГОСТ 4328—77, раствор 0,1 моль/дм³.

3.3. *Подготовка к испытанию*

Подготовку к испытанию проводят аналогично п. 1.1.3. Дополнительно в две поглотительные склянки заливают по 50 см³ раствора хлористого кадмия и по 15 см³ раствора гидроокиси натрия и устанавливают непосредственно за поглотительными склянками для определения сероводорода или очистки от него. В последнем случае применяют подкисленный 30%-ный раствор хлористого кадмия.

Концентрации титрованных растворов и объемы проб газа на испытание приведены в табл. 7.

Таблица 7

| Концентрация серы меркаптановой, г/м³ | Концентрация титрованных растворов, моль/дм³ | Объем пробы газа на испытание, дм³ |
|---|---|---|
| Св, $10 \cdot 10^{-3}$ до $50 \cdot 10^{-3}$ | 0,01 | Св. 30 до 60 |
| » $50 \cdot 10^{-3}$ » $100 \cdot 10^{-3}$ | 0,01 | » 15 » 30 |
| » $100 \cdot 10^{-3}$ » $200 \cdot 10^{-3}$ | 0,01 | » 10 » 15 |
| » $200 \cdot 10^{-3}$ » $500 \cdot 10^{-3}$ | 0,05 | » 5 » 10 |
| » $500 \cdot 10^{-3}$ » $1000 \cdot 10^{-3}$ | 0,1 | Не более 10 |

3.4. Проведение испытания

Через поглотительные склянки пропускают испытуемый газ со скоростью от 20 до 60 дм³/ч в зависимости от концентрации меркаптановой серы.

Определение меркаптановой серы проводят, как при определении сероводорода по п. 1.1.4, дополнительно добавляя 10 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1 после добавления 10 см³ йода.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую концентрацию меркаптановой серы $(X)$ в г/м³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 32 \cdot C}{V_2},$$

где $V$ — объем титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора без пропускания газа, см³;

$V_1$ — объем титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора после пропускания газа, см³;

32 — масса меркаптановой серы, соответствующая 1 см³ титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации точно 1 моль/дм³, мг;

$C$ — концентрация титрованного раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

$V_2$ — объем испытуемого газа, замеренный газовым счетчиком и приведенный к 20°С, 101,325 кПа, дм³.

3.5.2. При проведении двух измерений за результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 8.

Таблица 8

| Концентрация меркаптановой серы, г/м³ | Допускаемые расхождения между последовательными результатами анализа, г/м³ |
|---|---|
| Не более $20 \cdot 10^{-3}$ | $2 \cdot 10^{-3}$ |
| Св. $20 \cdot 10^{-3}$ до $50 \cdot 10^{-3}$ | $5 \cdot 10^{-3}$ |
| » $50 \cdot 10^{-3}$ » $100 \cdot 10^{-3}$ | $10 \cdot 10^{-3}$ |
| » $100 \cdot 10^{-3}$ » $200 \cdot 10^{-3}$ | $15 \cdot 10^{-3}$ |
| » $200 \cdot 10^{-3}$ » $500 \cdot 10^{-3}$ | $30 \cdot 10^{-3}$ |
| » $500 \cdot 10^{-3}$ » $1000 \cdot 10^{-3}$ | $50 \cdot 10^{-3}$ |

## 4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕРКАПТАНОВОЙ СЕРЫ

Метод заключается в поглощении меркаптанов раствором гидроокиси калия из предварительно очищенного от сероводорода испытуемого газа и последующем потенциометрическом титровании поглотительного раствора раствором азотнокислого серебра в присутствии аммиака.

4.1. Отбор проб

Пробы отбирают по п. 1.1.1.

4.2. Аппаратура и реактивы

Потенциометр типа РН-340 или РН-121, или РН ЭВ-74, или другого типа с ценой деления шкалы не более 10 мВ.

Электрод сульфидсеребряный.

Электрод стеклянный.

Мешалка электромагнитная типа ММ-2 или аналогичного типа.

Счетчик газовый (с жидкостным затвором) типа ГСБ-400.

Склянка СН-1—100, СН-1—200, СН-1—500, ГОСТ 25336—82 или аналогичного типа.

Колбы конические вместимостью 250, 500 см$^3$ ТС, ГОСТ 25336—82.

Стаканы вместимостью 100, 150 см$^3$, исполнения 1 или 2, ТХС, ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 см$^3$, исполнения 1 или 2, ГОСТ 1770—74.

Цилиндры вместимостью 50, 100 см$^3$, исполнения 1, ГОСТ 1770—74.

Бюретки вместимостью 2, 5 см$^3$, исполнения 6 или 1, 2, 3; вместимостью 10 см$^3$, исполнения 7 или 1, 2, 3, ГОСТ 20292—74.

Пипетки вместимостью 1, 2 см$^3$, исполнения 1 или 2, 4, 5; вместимостью 5, 10 см$^3$, исполнения 2 или 6, 7; вместимостью 20, 50 см$^3$, исполнения 2, ГОСТ 20292—74.

Калия гидроокись, раствор: 350 г КОН, взвешенных с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 1 дм$^3$ дистиллированной воды. Перед использованием через раствор пропускают небольшой поток азота с целью удаления растворенного кислорода.

Аммиак, ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Серебро азотнокислое ГОСТ 1277—75, растворы 0,01 и 0,1 моль/дм$^3$.

Натрий сернистый (сульфид натрия), ГОСТ 2053—77, 1%-ный раствор.

Цинк уксуснокислый, ГОСТ 5823—78, 2%-ный раствор.

Натрий уксуснокислый, ГОСТ 199—78.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328—77.

Азот газообразный, ГОСТ 9293—74, или другой инертный газ.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709—72.

Спирт изопропиловый.

Раствор для хранения сульфидсеребряного электрода: 1,36 г уксуснокислого натрия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 2,5 см³ дистиллированной воды и 97,5 см³ изопропилового спирта и добавляют 0,5 см³ титрованного раствора азотнокислого серебра 0,1 моль/дм³.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. *Приготовление сульфидсеребряного электрода*

Сульфидсеребряный электрод изготовляют из серебряного электрода с палочкой длиной 40 мм и диаметром 5 мм, которую полируют тонкой шлифовальной бумагой, ополаскивают, высушивают и погружают в раствор, содержащий 20 см³ раствора гидроокиси натрия, 70 см³ дистиллированной воды, 8 см³ 1%-ного раствора сернистого натрия и 1 см³ концентрированного аммиака. При непрерывном перемешивании добавляют из бюретки по каплям 10 см³ титрованного раствора азотнокислого серебра 0,1 моль/дм³ в течение 10—15 мин. Электрод вынимают из раствора, ополаскивают дистиллированной водой и сушат фильтровальной бумагой. Электрод хранят погруженным в раствор для хранения. Поверхность электрода устойчива от 4 до 6 недель.

Если электрод вблизи эквивалентной точки медленно реагирует на добавления титрующего раствора, его поверхность очищают шлифовальной бумагой и покрывают вновь сульфидной пленкой.

4.3.2. В две поглотительные склянки для очистки от сероводорода заливают по 50 см³ раствора уксуснокислого цинка, а в третью поглотительную склянку для абсорбции меркаптанов — 50 см³ раствора гидроокиси калия. Склянки соединяют последовательно и промывают азотом в течение 5 мин.

Объем испытуемого газа выбирают в зависимости от концентрации меркаптанов так, чтобы расход титрованного раствора азотнокислого серебра 0,01 моль/дм³ в процессе потенциометрического титрования составлял приблизительно 2 см³.

4.4. Проведение испытаний

Испытуемый газ пропускают через поглотительные сосуды со скоростью от 1 до 2 дм³/мин. После окончания пропускания газа записывают показания газового счетчика, температуру и барометрическое давление.

Содержание поглотительной склянки переводят в стакан для титрования, ополаскивая сосуд 20 см³ дистиллированной воды. В стакан для титрования добавляют 2 см³ концентрированного аммиака, опускают электроды и при непрерывном перемешивании титруют титрованным раствором азотнокислого серебра.

В процессе титрования непрерывно подают азот под уровень раствора. Капилляр бюретки погружают приблизительно на 10—15 мм под уровень раствора. Перемешивание раствора во время титрования проводят на магнитной мешалке.

После каждого добавления титрованного раствора азотнокислого серебра, когда величина уже стабилизирована, измеряют напряжение. Если изменение напряжения после добавления 0,1 см³ титрованного раствора превышает 10 мВ, уменьшают количество титрованного раствора азотнокислого серебра на 0,05 см³. Титрование продолжают до тех пор, пока изменение напряжения после добавления 0,1 см³ раствора азотнокислого серебра не достигнет 5 мВ.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Результаты измерения изображают в виде графика зависимости напряжения от добавленного раствора азотнокислого серебра.

Точка перегиба кривой указывает расход титрованного раствора, соответствующего содержанию меркаптановой серы. Величина потенциала в точке перегиба составляет приблизительно +100 мВ.

4.5.2. Массовую концентрацию меркаптановой серы $(X)$ в г/м³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 32 \cdot C}{V_1},$$

где $V$ — объем титрованного раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование пробы, см³;

32 — масса меркаптановой серы, соответствующая 1 см³ титрованного раствора азотнокислого серебра концентрации точно 1 моль/дм³, мг;

$C$ — концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм³;

$V_1$ — объем испытуемого газа, измеренный газовым счетчиком и приведенный к 20°С, 101,325 кПа, дм³.

При проведении двух измерений за результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений, расхождение между которыми не должно превышать 1% от полученного среднего значения.

**Изменение № 1 ГОСТ 22387.2—83 Газы горючие природные. Методы определения сероводорода и меркаптановой серы.**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.06.89 № 2144**

**Дата введения 01.02.90**

Пункт 1.1.2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Склянка СН-1—100 по ГОСТ 25336—82 или аналогичного типа»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 215—73 на ГОСТ 27544—87;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Кадмий хлористый, ГОСТ 4330—76, подкисленный раствор с массовой долей 10 %: 125 г $CdCl_2 \cdot 2{,}5\ H_2O$, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 5 см³ соляной кислоты 1:1 и доводят дистиллированной водой до 1000 см³»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «3 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 3 %»;

двенадцатый—пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Кислота соляная, ГОСТ 3118—77 ($\rho = 1{,}1$ г/см³), растворы 1:1 и $c$ (HCl) = 0,1 моль/дм³.

Йод, титрованные растворы $c$ ($\frac{1}{2}$ $J_2$) = 0,1; 0,05; 0,01 моль/дм³.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), титрованные растворы $c$ ($Na_2S_2O_3$) = 0,1; 0,05; 0,01 моль/дм³.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,5 %».

Пункты 1.1.2, 2.2, 4.2 дополнить словами: «Весы лабораторные технические типа ВЛТ-1 по ГОСТ 24104—88».

Пункт 1.1.5. Формулу изложить в новой редакции:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C \cdot 11{,}88 \cdot 100}{V_2 \cdot 1000}.$$

Пункт 1.1.5.1. Тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 2».

Пункт 1.3.2. Четвертый абзац. Исключить слова: «в течение 3—5 мин».

Пункт 1.3.4. Третий абзац. Заменить слова: «10 %-ного раствора хлористого кадмия» на «раствора хлористого кадмия с массовой долей 10 %».

Раздел 2. Вводная часть. Заменить слова: «(или кадмия)» на «(или кадмия при отсутствии в газах меркаптанов)».

Пункт 2.2. Десятый абзац. Заменить слова: «2 %-ный раствор (поглотительный)» на «поглотительный раствор с массовой долей 2 %»;

Пятнадцатый — восемнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Йод, титрованный раствор $c$ ($\frac{1}{2}$ $J_2$), 0,01 моль/дм³.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), титрованный раствор $c$ ($Na_2S_2O_3$) = 0,01 моль/дм³.

Натрий сернистый ГОСТ 2053—77, основной титрованный раствор $c$ ($\frac{1}{2}$ $Na_2S$) = 0,01 моль/дм³.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный раствор с массовой долей 0,5 %».

*(Продолжение см. с. 40)*

Пункт 2.2 дополнить словами: «Весы аналитические не ниже 2-го класса точности, с погрешностью взвешивания не более 0,0001 г.

Кадмий уксуснокислый ГОСТ 5824—79, раствор с массовой долей 3 %: 30 г $Cd(CH_3COO)_2$, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 10 см³ концентрированной уксусной кислоты и доводят водой до 1000 см³».

Пункт 2.5.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 6».

Пункт 3.2. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Кадмий хлористый ГОСТ 4330—76, раствор с массовой долей 10 %.

Натрия гидроокись ГОСТ 4328—77, раствор $c$ (NaOH) = 0,1 моль/дм³».

Пункт 3.3. Первый абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор хлористого кадмия» на «раствор хлористого кадмия с массовой долей 30 %».

Пункт 3.5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «За результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, указанных в табл. 8».

Таблица 8. Головка. Заменить слова: «результатами анализа» на «определениями».

Пункт 4.2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 2 %»;

пятнадцатый—семнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Серебро азотнокислое ГОСТ 1277—75, титрованные растворы $c$ ($AgNO_3$) = 0,01 и 0,1 моль/дм³.

Натрий сернистый (сульфит натрия), ГОСТ 2053—77, раствор с массовой долей 1 %.

Цинк уксуснокислый, ГОСТ 5823—78, раствор с массовой долей 2 %»;

девятнадцатый абзац исключить;

дополнить абзацем: «Весы аналитические не ниже 2-го класса точности, с погрешностью взвешивания не более 0,001 г».

Пункт 4.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «20 см³ раствора гидроокиси натрия» на «20 см³ раствора гидроокиси калия», «8 см³ 1 %-ного раствора сернистого натрия» на «8 см³ раствора сернистого натрия с массовой долей 1 %».

**(ИУС № 11 1989 г.)**

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 24.04.87 Подп. в печ. 06.08.87 1,75 усл. п. л. 1,75 усл. кр.-отт. 1,50 уч.-изд. л.
Тираж 5000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2306.

gost.e-ecolog.ru