МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 28726.1— 2017 (ISO 6978-1: 2003)

ГАЗ ПРИРОДНЫЙ

Определение ртути

Часть 1

Подготовка пробы путем хемосорбции ртути на йоде

(ISO 6978-1:2003, MOD)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2018**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Закрытым акционерным обществом «Росшельф» (ЗАО «Росшельф») и Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 февраля 2018 г. № 109-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 28726.1—2017 (ISO 6978-1:2003) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 6978-1:2003 «Природный газ. Определение ртути. Часть 1. Отбор проб ртути хемосорбцией на йоде» («Natural gas — Determination of mercury — Part 1: Sampling of mercury by chemisorption on iodine», MOD). При этом дополнительные слова, числовые значения (если эти требования являются альтернативными, то они приведены в скобках), фразы, терминологические статьи для терминов, которые использованы в стандарте, но не приведены в ISO 6978-1:2003, примечания, пункты, разделы, формулы (1), (6)—(11) выделены курсивом. В раздел 9 внесены технические отклонения по отношению к международному стандарту ISO 6978-1:2003, которые направлены на облегчение приготовления градуировочных растворов и вычисление в них фактического содержания ртути. В раздел 10 внесены технические отклонения по отношению к международному стандарту ISO 6978-1:2003, которые предусматривают процедуру вычисления результатов с учетом проведенной ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» метрологической аттестации методики (свидетельство об аттестации № 741/242-01.00250—2016 от 16 марта 2016 г.). Указанные технические отклонения выделены курсивом, а замещенный текст приведен в дополнительном приложении ДА. Дополнительные приложения ДБ, ДВ, ДГ в тексте стандарта выделены курсивом. Вышеуказанные технические отклонения направлены на облегчение проведения анализа и вычисления результатов измерений.

Сведения о соответствии межгосударственного стандарта международному ссылочному стандарту приведены в дополнительном приложении ДД

6 ВЗАМЕН ГОСТ 28726—90

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 4
5 Аппаратура 4
6 Реактивы и материалы 10
7 Отбор проб 13
8 Определение содержания ртути 15
9 Вычисление результатов измерений 16
10 Характеристики погрешности измерений 18
11 Протокол измерений 19
Приложение ДА (справочное) Текст разделов, не включенных в настоящий стандарт 20
Приложение ДБ (рекомендуемое) Отбор проб при давлении, близком к атмосферному 21
Приложение ДВ (рекомендуемое) Определение содержания жидких углеводородов (жидкого остатка) 22
Приложение ДГ (рекомендуемое) Требования к условиям проведения измерений и квалификации персонала 23
Приложение ДД (справочное) Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном стандарте 24
Библиография 25

Введение

Природный газ может содержать значительное количество ртути, которая в большинстве случаев присутствует в элементной форме. Газы с высоким содержанием ртути должны быть очищены для предотвращения конденсации ртути при переработке и транспортировании, а также для обеспечения соответствия газа требованиям договора поставки. В природном газе, направляемом на сжижение, регламентируются низкие концентрации ртути для предотвращения проблем, связанных с интенсивной коррозией, например в алюминиевых теплообменниках установок сжижения газа.

Определить содержание ртути в природном газе напрямую невозможно, так как углеводороды, особенно ароматические, присутствующие в низких концентрациях почти во всех природных газах, мешают определению ртути методами атомно-абсорбционной спектрометрии (AAS) или атомно-флуоресцентной спектрометрии (AFS). Поэтому перед определением содержания ртути ее необходимо сконцентрировать и отделить от ароматических углеводородов.

Содержание ртути определяют с целью:

- контроля качества газа;
- мониторинга работы газоочистных установок по удалению ртути.

Разработано несколько методов выделения и концентрирования ртути из природного газа. Выделение ртути из сухого природного газа обычно не вызывает никаких проблем. Однако следует соблюдать осторожность при выделении ртути из природного газа при условиях, близких к конденсации (см. ISO 6570).

В двух частях ISO 6978 описаны методы отбора проб и установлены основные требования к методам отбора проб ртути и определению общего содержания ртути в природном газе, соответствующем требованиям транспортирования по трубопроводу. В настоящем стандарте (ISO 6978, часть 1) приведен метод отбора проб ртути с использованием хемосорбции на силикагеле, насыщенном йодом, в части 2 ISO 6978 приведен метод отбора проб ртути путем амальгамирования нити из сплава золота/платины.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ГАЗ ПРИРОДНЫЙ

Определение ртути

Часть 1

Подготовка пробы путем хемосорбции ртути на йоде

Natural gas. Determination of mercury. Part 1.
Sampling of mercury by chemisorption on iodine

Дата введения — 2019—07—01

Предупреждение — В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение общего содержания ртути в природном газе с использованием метода отбора проб при давлении не более 40 МПа путем хемосорбции на пропитанном йодом силикагеле. Пробы по настоящему стандарту отбирают для определения содержания ртути в природном газе в диапазоне от 0,1 до 5000 мкг/м^3. Настоящий стандарт можно применять для отбора проб газа, содержащего не более 20 мг сероводорода (абсолютное содержание) и не более 10 г/м^3 сконденсированных углеводородов ($C_{5+высш}$) в условиях отбора пробы*. Отобранную ртуть определяют измерением абсорбции или флуоресценции паров ртути при 253,7 нм.

Примечание — В стандарте [1] установлены требования к отбору проб для определения содержания ртути в природном газе, транспортируемом по трубопроводам, путем амальгамирования нити из сплава золота/платины при атмосферном давлении для диапазона концентраций ртути от 0,01 до 100 мкг/м^3 и давлении до 8 МПа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.578—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых средах

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 127.1—93 Сера техническая. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2405—88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры. Общие технические условия

ГОСТ 3326—86 Клапаны запорные, клапаны и затворы обратные. Строительные длины

* *Содержание сероводорода в природном газе определяют по ГОСТ 22387.2. Содержания компонентов природного газа, конденсирующихся в условиях отбора проб, определяют по приложению ДВ.*

Издание официальное

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5761—2005 Клапаны на номинальное давление не более PN 250. Общие технические условия

ГОСТ 6217—74 Уголь активный древесный дробленый. Технические условия

ГОСТ 7995—80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 22387.2—2014 Газы горючие природные. Методы определения сероводорода и меркаптановой серы

ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997) Газ природный. Руководство по отбору проб

ГОСТ 31371.7—2008 Газ природный. Определение состава методом газовой хроматографии с оценкой неопределенности. Часть 7. Методика выполнения измерений молярной доли компонентов

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ OIML R 111-1—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E (индекс 1), E (индекс 2), F (индекс 1), F (индекс 2), M (индекс 1), M (индекс 1-2), M (индекс 2), M (индекс 2-3) и M (индекс 3). Часть 1. Метрологические и технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [2], *а также следующие термины с соответствующими определениями*:

3.1

прямой отбор пробы *(direct sampling): Отбор проб при наличии прямой связи между отбираемым природным газом и аналитическим блоком.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.1]

3.2

природный газ высокого давления *(high-pressure natural gas): Природный газ с избыточным давлением, превышающим 0,2 МПа.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.4]

3.3

природный газ низкого давления *(low-pressure natural gas): Природный газ, имеющий избыточное давление от 0 до 0,2 МПа.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.9]

3.4

время продувки *(purging time): Период времени, в течение которого пробоотборное оборудование продувается пробой.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.10]

3.5

время пребывания *(residence time): Время, в течение которого проба проходит через пробоотборное оборудование.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.12]

3.6

ретроградная конденсация *(retrograde condensation): Процесс, заключающийся в том, что при критических термодинамических условиях при изотермическом расширении или изобарическом нагревании газообразной смеси образуется жидкость (изотермическая и изобарическая конденсация), а при изотермическом сжатии или изобарическом охлаждении — некоторое количество пара (изотермическое и изобарическое испарение).*

Ретроградное поведение характерно для многокомпонентных смесей, каким является природный газ, и отражает неидеальность их фазовых свойств.

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.13]

3.7

пробоотборная линия *(sample line): Линия, предназначенная для передачи газовой пробы от точки отбора пробы. Она может включать устройства, необходимые для подготовки пробы для транспортирования и анализа.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.15]

3.8

байпас сети газораспределения *(газопотребления): Обводной газопровод сети газораспределения (газопотребления).*

[3, статья 31]

3.9

пробоотборный зонд *(sample probe): Устройство отбора пробы, помещаемое в газопровод, к которому подсоединяется пробоотборная линия.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.16]

3.10

точка отбора пробы *(sampling point): Точка в потоке газа, в которой может быть отобрана представительная проба.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.17]

3.11

точечная проба *(spot sample): Проба определенного объема, отобранная из потока газа в определенном месте в определенное время.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.18]

3.12

линия передачи *(transfer line): Линия, предназначенная для переноса подлежащей анализу пробы из точки отбора на вход аналитического блока.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.19]

3.13

точка росы воды *(water dew point): Температура при конкретном давлении, при которой начинается конденсация паров воды.*

[ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997), статья 3.20]

3.14

хемосорбция (компонентов природного газа) *(chemisorption): Абсорбция или адсорбция одного или нескольких компонентов природного газа, сопровождающаяся образованием химических соединений с абсорбентом или адсорбентом.*

[4, *статья 60*]

3.15

сжиженный природный газ; СПГ *(liquefied natural gas): Природный газ, сжиженный после переработки с целью хранения или транспортирования.*

[4, *статья 5*]

4 Сущность метода

Пропускают газ через пробоотборную трубку, содержащую силикагель, пропитанный йодом. При этом ртуть (Hg), содержащаяся в газе в элементарном виде или в виде органических соединений [например, диметилртути $Hg(CH_3)_2$ или диэтилртути $Hg(C_2H_5)_2$], подвергается хемосорбции:

$$Hg + I_2 \rightarrow HgI_2,$$

$$Hg\ (CH_3)_2 + 2I_2 \rightarrow HgI_2 + 2CH_3I.$$

Пробоотборную трубку в лаборатории обрабатывают водным раствором йодида аммония и йода (NH_4I/I_2), при этом образовавшийся в результате хемосорбции йодид ртути (HgI_2) переходит в раствор. Сконденсированные углеводороды на этой стадии удаляются под вакуумом. Ртуть, присутствующую в виде водорастворимого комплекса, определяют восстановлением аликвоты полученного раствора щелочным раствором олова (II) до ртути в элементарной форме. Ртуть в элементарной форме (холодный пар) направляют в атомно-абсорбционный спектрометр (AAS) или атомно-флуоресцентный спектрометр (AFS), продувая раствор инертным газом (аргоном, азотом) для измерения при длине волны 253,7 нм.

Допускается продувать раствор воздухом, очищенным от паров ртути.

Для окончательного определения ртути градуировку проводят аналогичным способом, используя водные растворы ртути, приготовленные из стандартных растворов (ГСО), массовая концентрация ртути в которых близка к ожидаемому содержанию ртути в пробе.

Если нет других указаний, объемы газа выражают в кубических метрах ($м^3$) при температуре 273,15 К и 1013,25 гПа.

Примечание — В настоящем стандарте объемы газа выражают в кубических метрах ($м^3$) при температуре 293,15 К и 101,325 кПа в соответствии с [5].

5 Аппаратура

Параметры, оказывающие влияние на результаты измерений, должны быть прослеживаемыми с национальными или международными стандартами. Неопределенность измерения объема (объем, температура и давление газа, а также давление окружающей среды) напрямую вносит вклад в суммарную неопределенность определения содержания ртути в газе. Поэтому для сведения к минимуму неопределенности измерения объема до значений менее 1 % следует использовать надлежащее измерительное оборудование с необходимой точностью, откалиброванное в установленном порядке.

5.1 Аппарат для отбора проб (см. рисунок 1a для отбора проб при давлении не более 10 МПа и рисунок 1b для отбора проб при давлении не более 40 МПа), в состав которого входят.

5.1.1 Камера для отбора проб при высоком давлении [см. рисунки 1a, 1b и 2 (более подробный рисунок)], изготовленная из NiMo16Cr15W сплава [сталь № 2.4819 в соответствии с обозначением марок стали (Steel Code)], оснащенная датчиком температуры, датчиком давления и следующими компонентами.

Допускается для изготовления камеры использовать сплав ХН65МВ по [6].

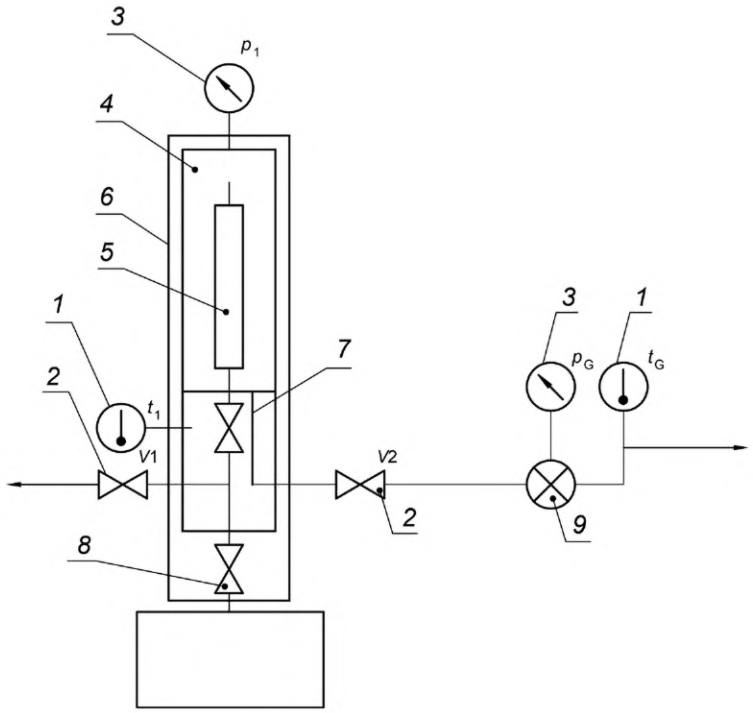
5.1.1.1 Стекловолокном, обработанным кислотой *(5.1.9.1)*.

5.1.1.2 Пробоотборной трубкой из боросиликатного стекла (см. рисунки 1a, 1b и подробный рисунок 3) с завинчивающейся крышкой.

Допускается использовать сорбционную трубку по [7].

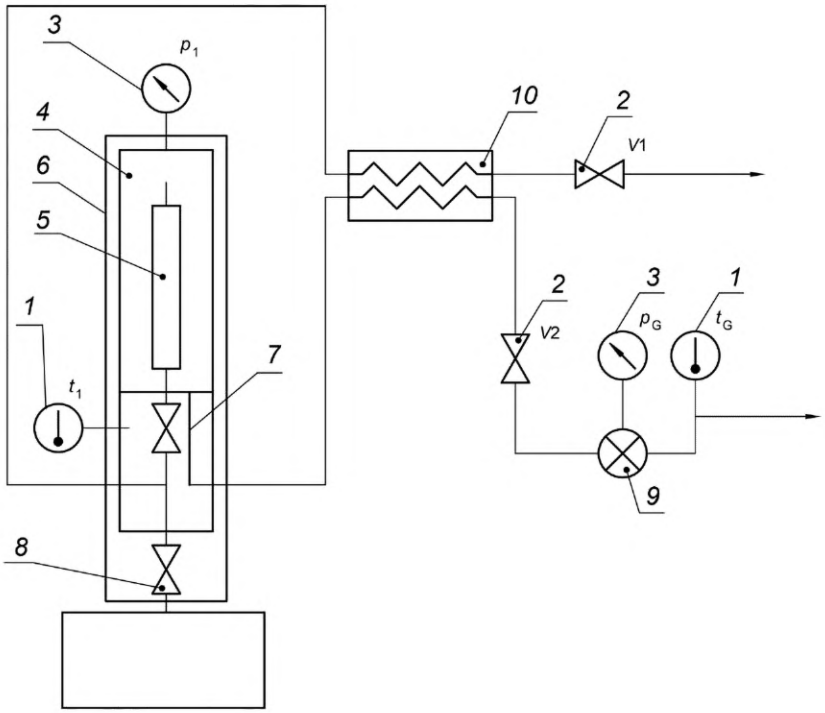
В пробоотборную трубку (см. рисунок 3) сначала помещают слой стекловолокна, обработанного кислотой (5.1.1.1), толщиной 0,5 см, для удерживания сорбента. Затем помещают в трубку 4,00 г обработанного йодом силикагеля (6.2.3), чтобы получить поглощающий слой высотой *приблизительно* 5 см. Затем добавляют еще один слой стекловолокна (5.1.1.1) толщиной 0,5 см для удерживания верхней части поглощающего слоя и закрывают трубку завинчивающейся крышкой.

Подготовленные пробоотборные трубки хранят в эксикаторе не более 6 мес.



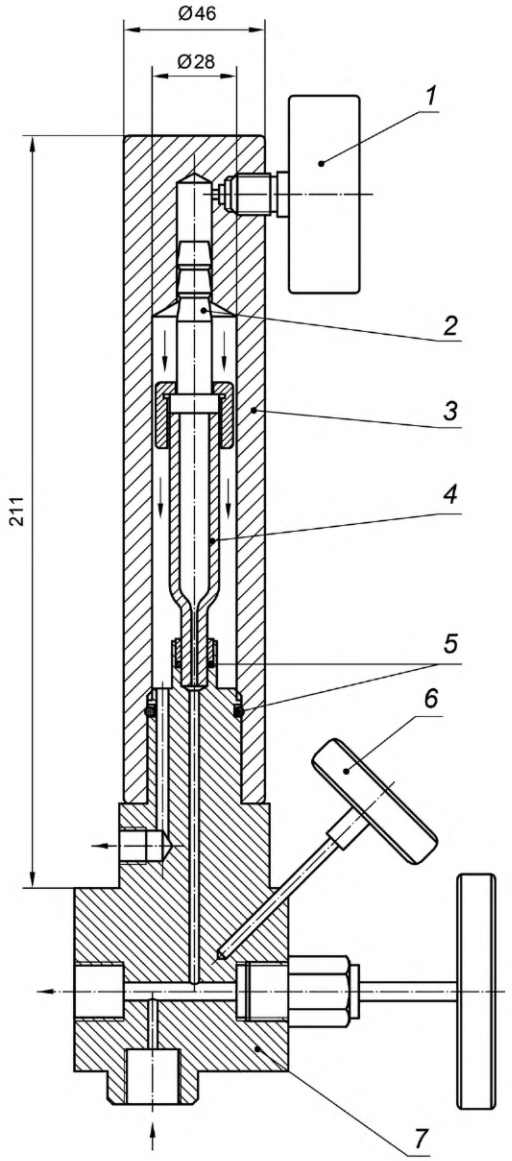
1 — датчик измерения температуры (t_1, t_G); *2* — клапаны сброса давления (*V*1, *V*2); *3* — датчики давления (p_1, p_G); *4* — камера для отбора проб при высоком давлении (*см. рисунок 2*); *5* — пробоотборная трубка; *6* — теплоизоляция; *7* — клапан камеры; *8* — пробоотборный клапан; *9* — газовый счетчик

Рисунок 1a — Аппарат для отбора проб при давлении до 10 МПа



1 — датчик измерения температуры (t_1, t_G); *2* — клапаны сброса давления (*V*1, *V*2); *3* — датчики давления (p_1, p_G); *4* — камера для отбора проб при высоком давлении; *5* — пробоотборная трубка; *6* — теплоизоляция; *7* — клапан камеры; *8* — пробоотборный клапан; *9* — газовый счетчик; *10* — теплообменник

Рисунок 1b — Аппарат для отбора проб при давлении до 40 МПа



1 — датчик измерения давления; *2* — соединительная трубка; *3* — корпус камеры высокого давления; *4* — пробоотборная трубка; *5* — уплотнительное кольцо круглого сечения; *6* — датчик температуры; *7* — нижняя часть камеры со встроенным клапаном

Рисунок 2 — Камера для отбора проб при высоком давлении

5.1.2 Температурные датчики или термометры (см. рисунки 1a, 1b и *2).*

Допускается использовать термометр ТБП-А класса точности 2,5.

5.1.3 Датчик давления (см. рисунки 1a, 1b и 2).

Допускается использовать манометр образцовый класса 0,4 по [8] или манометр по ГОСТ 2405.

5.1.4 Клапаны сброса давления (см. рисунки 1a и 1b):

a) электрически нагреваемые для отбора проб при давлении до 10 МПа (см. рисунок 1a) или

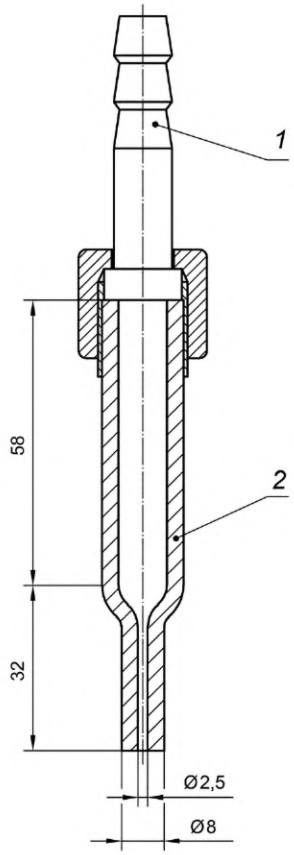
b) соединенные с теплообменником (5.1.5) для отбора проб при давлении до 40 МПа (см. рисунок 1b).

Допускается использовать клапаны по ГОСТ 5761 и ГОСТ 3326.

При установке во взрывоопасной зоне электрически нагреваемый клапан сброса давления должен соответствовать установленным требованиям безопасности.

5.1.5 Теплообменник (см. рисунок 1b), вместимость которого обеспечивает нагревание пробы газа и байпасной линии до 90 °С.

Допускается использовать теплообменные аппараты по [9].



1 — соединительная трубка; *2* — пробоотборная трубка

Рисунок 3 — Пробоотборная трубка

При установке во взрывоопасной зоне теплообменник должен соответствовать установленным требованиям безопасности,

5.1.6 Газовый счетчик (см. рисунки 1a и 1b), оснащенный термометром (5.1.2) и датчиком давления (5.1.3).

Допускается использовать счетчик газа объемный диафрагменный СГК-1,6, а также жидкостный стеклянный термометр с ценой деления 1 °С с пределами измерения от 0 до 100 °С по ГОСТ 28498.

5.1.7 Барометр для измерения давления окружающей среды.

Допускается использовать барометр БАММ-1 по [10].

5.1.8 Теплоизоляционный материал.

Допускается использовать теплоизоляционные материалы на основе стекловолокна с фольгированным или пленочным покрытием по [11].

5.1.9 Приготовление азотной кислоты (1 : 1).

В химический стакан вместимостью 1,0 дм^3 помещают 250 см^3 деионизированной воды (6.1), затем осторожно приливают 250 см^3 концентрированной азотной кислоты (6.1.1), перемешивают и охлаждают до температуры окружающей среды. Приготовленный раствор хранят в емкости из темного стекла не более одного года.

5.1.9.1 Подготовка стекловолокна, обработанного кислотой.

В стеклянный стакан вместимостью 1,0 дм^3 помещают стекловолокно (6.1.2), заполняя им стакан на треть объема. Заливают азотной кислотой (1 : 1) (5.1.9) таким образом, чтобы покрыть все волокно, выдерживают 12 ч при температуре окружающей среды, сливают раствор, затем промывают стекловолокно деионизированной водой (покрывают стекловолокно водой) не менее трех раз. Промытое стекловолокно сушат в сушильном шкафу 2 ч при температуре 105 °С. Высушенное стекловолокно хранят до использования в эксикаторе. Срок хранения не ограничен.

5.2 Стеклянный аппарат для растворения иодида ртути

Стеклянный аппарат для растворения иодида ртути (см. рисунок 4), состоящий из:

5.2.1 Резервуара для раствора.

Допускается использовать воронку ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

5.2.2 Градуированного приемника.

Допускается использовать стеклянный отстойник по [12].

5.2.3 Запорных кранов.

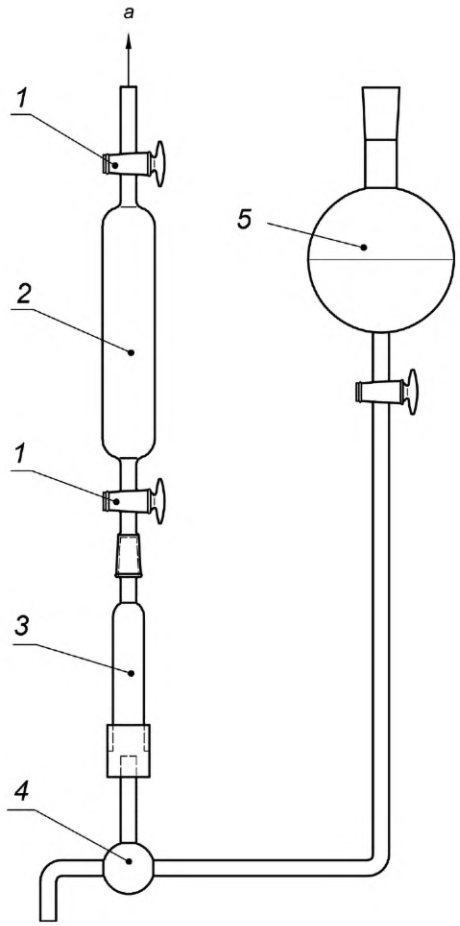
Допускается использовать краны по ГОСТ 7995.

5.2.4 Трехходового крана.

Допускается использовать краны по ГОСТ 7995.

5.2.5 Пробоотборной трубки (5.1.1.2).

5.2.6 Насоса лабораторного вакуумного мембранного или водоструйного по ГОСТ 25336.



1 — запорный кран; *2* — градуированный приемник; *3* — пробоотборная трубка; *4* — трехходовой кран; *5* — круглодонный резервуар; *а* — к вакуумному насосу

Рисунок 4 — Стеклянный аппарат для растворения (*смывания с силикагеля*) иодида ртути

5.3 Стеклянный аппарат для обработки силикагеля йодом

Стеклянный аппарат для обработки силикагеля йодом (см. рисунок 5), состоящий из:

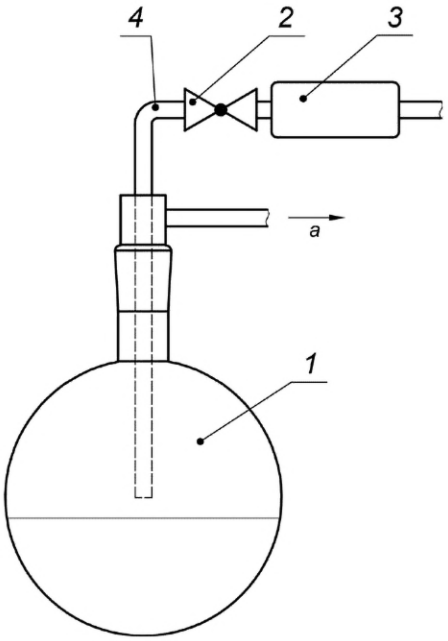
5.3.1 Круглодонной колбы вместимостью 2 дм^3.

Допускается использовать колбы П-2-2000-45 ТХС по ГОСТ 25336.

5.3.2 Трубки для ввода газа.

5.3.3 Фильтра для удаления ртути из воздуха, заполненного активированным углем, пропитанным серой *по ГОСТ 127.1.*

Допускается использовать уголь активированный Norit RBHG по ТВ 71/03-03 или ртутепоглотительный фильтр ФРП-1.



1 — круглодонная колба вместимостью 2 дм^3; *2* — стеклянный клапан; *3* — воздушный фильтр, заполненный активированным древесным углем*; 4 — трубка для ввода воздуха*; *а* — к вакуумному насосу

Рисунок 5 — Стеклянный аппарат для обработки силикагеля йодом

5.4 Атомно-абсорбционный спектрометр (AAS) или атомно-флуоресцентный спектрометр (AFS) с методом холодного пара

Используют AAS с методом холодного пара и возможностью коррекции фона или AFS с ртутным блоком (с контролируемой скоростью потока, переносящего ртуть через аналитическую систему), обеспечивающими обнаружение Hg на уровне 1 нг; стандартное лабораторное оборудование и гибкие трубки из поливинилацетата (PVA). Можно использовать трубки из другого подходящего пластичного материала, такого как политетрафторэтилен (PTFE) или полиамид (PA).

Допускается использовать атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр) любого типа с ртутно-гидридной приставкой, позволяющий проводить измерения по методу холодного пара, оснащенный спектральными лампами для определения ртути и устройством для коррекции неселективного поглощения (фона) или атомно-флуоресцентный спектрометр с ртутно-гидридной приставкой.

5.5 Дополнительные средства измерений и вспомогательное оборудование

5.5.1 Генератор газовых смесей по [13].

5.5.2 Источник микропотока ртути (ИМ-Hg) по [14].

5.5.3 Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227.

5.5.4 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 29169.

5.5.5 Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 200, 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

5.5.6 Мерный цилиндр 2-го класса точности вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

5.5.7 Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности в рабочем интервале взвешивания не более ± 1 мг, по ГОСТ OIML R 76-1.

5.5.8 Набор гирь (1—100 г) 2-го класса точности по ГОСТ OIML R 111-1 или F1 по ГОСТ OIML R 111-1.

5.5.9 Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 0,010—1,0 см^3, 1—5 см^3, 5—10 см^3 по [9].

5.5.10 Стаканы из термически стойкого стекла вместимостью 50, 250, 500 и 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

5.5.11 Колбы конические из термически стойкого стекла вместимостью 200 и 250 см^3 по ГОСТ 25336.

5.5.12 Круглодонная колба вместимостью 2 дм^3 (5.3.1) по ГОСТ 23932.

5.5.13 Сорбционные трубки СТ 412 или СТ 212 (5.1.2) по [7].

5.5.14 Эксикатор 2-230 по ГОСТ 25336.

5.5.15 Трубки из фторопласта-4Д длиной от 0,2 до 5,0 м внутренним диаметром от 2 до 4 мм по ГОСТ 22056.

5.5.16 Силиконовые трубки длиной от 0,2 до 5,0 м внутренним диаметром от 4 до 8 мм по [15].

5.5.17 Контейнер из темного стекла, можно использовать стеклянную банку вместимостью 1000 см^3, с синей крышкой (номер по каталогу 2070/H/632 414 345 940) или стеклянную тару для химических реактивов и особо чистых веществ по [16].

Примечание — Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь свидетельства о поверке (клеймо).

Допускается использовать другие средства измерений и вспомогательные устройства аналогичного назначения, технические характеристики которых не уступают приведенным выше, а также реактивы и материалы, обеспечивающие нормативы точности при проведении измерений.

6 Реактивы и материалы

6.1 Вода дистиллированная с содержанием ртути не более 1 мкг/дм^3.

Примечание — Допускается использовать деионизированную воду с содержанием ртути не более 0,05 мкг/*дм^3 по [17]. Содержание ртути в дистиллированной или деионизированной воде определяют по 8.1, используя вместо пробы дистиллированную или деионизированную воду.*

6.1.1 Азотная кислота по ГОСТ 11125 квалификации ос. ч.

6.1.2 Стекловолокно или стеклянная вата фирмы Supelco, номер по каталогу 104086.

6.1.3 Уголь активный древесный по ГОСТ 6217 или уголь активированный Norit RBHG по ТВ 71/03-03.

6.1.4 Сера техническая по ГОСТ 127.1.

6.1.5 Силикагель 60 (0,2—0,5 мм) фирмы Merck, номер по каталогу 101908.

6.1.6 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 квалификации х. ч.

6.1.7 Хлорид олова (II) 2-водный квалификации ч. д. а. по [18] или производства фирмы Fluka, номер по каталогу 96528.

6.1.8 Стандартный образец состава водных растворов ионов ртути ГСО 7440 (с номинальным значением массовой концентрации ртути 1,00 г/дм^3 с погрешностью ± 1 %).

6.1.9 Азот газообразный по ГОСТ 9293 особой чистоты 2-го сорта.

6.1.10 Метан с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по [19].

6.2 Реактивы для хемосорбции

6.2.1 Йод (I_2).

Допускается использовать йод по ГОСТ 4159 квалификации ч. д. а.

6.2.2 *н*-Пентан.

Допускается использовать н-пентан плотностью 0,63 г/см^3 (20 °С) фирмы Merck (номер по каталогу 10777) или по [20].

6.2.3 Пропитанный йодом силикагель с размером зерен от 0,2 до 0,5 мм.

Пропитанный йодом силикагель с размером зерен от 0,2 до 0,5 мм готовят следующим образом. В круглодонной колбе вместимостью 2 дм^3 (5.3.1) растворяют 12 г йода (6.2.1) в 1 дм^3 *н*-пентана (6.2.2). К этому раствору добавляют порциями 0,5 кг силикагеля (*допускается использовать силикагель по 6.1.5*) при перемешивании вращательными движениями. После выдерживания в течение приблизительно 30 мин на колбу устанавливают насадку (см. рисунок 5) с фильтром для очистки воздуха (5.3.3), заполненным активированным углем, пропитанным серой, или другим подходящим абсорбирующим материалом *(6.1.3)*. Постепенно испаряют *н*-пентан, подавая воздух в колбу через фильтр, и периодически перемешивая содержимое колбы вращательными движениями. Остаток *н*-пентана испаряют при пониженном давлении приблизительно 30 гПа (*3 кПа*), закрывая на короткое время стеклянный кран. Не следует полностью удалять *н*-пентан (*визуально гранулы силикагеля должны оставаться влажными*), чтобы избежать испарения йода. Хранят силикагель, пропитанный I_2, для защиты от света в контейнере из коричневого матового стекла (*допускается использовать контейнеры по 5.5.17*). Срок хранения — не более 6 мес.

6.3 Реактивы для извлечения

6.3.1 Йод (6.2.1).

6.3.2 Йодид аммония (NH_4I).

Допускается использовать NH_4I квалификации ч. д. а. по [21].

6.3.3 Раствор йодида аммония 1 моль/дм^3.

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 144,9 г йодида аммония и растворяют его в 200 см^3 деионизированной воды (6.1), затем полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1,0 дм^3, доводят до метки деионизированной водой (см. примечание к 6.1) и тщательно перемешивают.

6.3.4 Раствор реактива йодид аммония/йод (NH_4I/I_2).

Растворяют 10 г йода в 1 дм^3 раствора NH_4I (6.3.3), затем разбавляют полученный раствор в 10 раз водой (6.1).

Для защиты от света хранят раствор реактива NH_4I/I_2 и раствор NH_4I в бутылках из коричневого стекла.

Допускается использовать контейнеры по 5.5.17.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

6.4 Реактивы для восстановительного раствора

6.4.1 Раствор гидроксида калия (KOH) 15 % масс.

Допускается использовать KOH по ГОСТ 24363, 20%-ный раствор гидроксида натрия.

6.4.1.1 Приготовление 20%-ного раствора гидроксида натрия.

Помещают 125 г гидроксида натрия в стакан из термостойкого стекла вместимостью 800 см^3 и осторожно, порциями добавляют 500 см^3 деионизированной воды (6.1). Охлаждают раствор до температуры окружающей среды. Хранят раствор в полиэтиленовой емкости не более 1 мес.

6.4.2 Хлорид олова (II) ($SnCl_2$).

Допускается использовать хлорид олова (II) по 6.1.7.

6.4.3 Восстановительный раствор готовят, добавляя порциями при перемешивании 5 г хлорида олова (II) (6.4.2) в 95 г раствора гидроксида калия (6.4.1).

Полученный раствор фильтруют.

Срок хранения раствора — не более двух дней.

Примечание — Восстановительный раствор можно приготовить следующим образом. В стакан вместимостью 150 см^3 помещают 12,2 г хлорида олова (II) (6.4.2) и растворяют в 100 см^3 деионизированной воды (6.1).

Полученный раствор небольшими порциями при перемешивании вращательными движениями добавляют в коническую колбу из термически стойкого стекла вместимостью 250 см^3, содержащую 100 см^3 20%-ого раствора гидроксида натрия (6.4.1.1). Восстановительный раствор перемешивают вращательными движениями до растворения осадка, охлаждают до температуры окружающей среды и закрывают колбу. Восстановительный раствор готовят перед использованием, в день проведения измерений.

6.5 Градуировочные растворы

6.5.1 Исходный раствор ртути с массовой концентрацией ρHg 1,000 г/дм, прослеживаемый к национальному или международному эталону в соответствии с [22].

Допускается использовать ГСО ртути (6.1.8).

6.5.2 Градуировочный раствор ртути готовят разбавлением исходного раствора ртути (6.5.1) раствором NH_4I/I_2 (6.3.4) до соответствующей массовой концентрации, подходящей для рабочего диапазона прибора.

Градуировочный раствор ртути хранят в бутылках из коричневого стекла не более одного года.

6.5.2.1 Градуировочные растворы ртути можно приготовить следующим образом.

6.5.2.1а Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 10 мг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 30 см^3 раствора йодид аммония/йод (6.3.4), пипеткой вносят 1,0 см^3 ГСО ртути (6.1.8) массовой концентрации 1,00 г/дм^3 (1000 мг/дм^3), доводят до метки раствором йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают. Фактическое значение концентрации ртути $C_{кон}$, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{кон} = C_{исх} \cdot \frac{V_п}{V_к}, \quad (1)$$

где $C_{исх}$ — фактическое значение массовой концентрации ртути в ГСО ртути (6.1.8) (по паспорту), мг/дм^3;

$V_п$ — аликвота раствора ГСО ртути (6.1.8), отбираемая для приготовления раствора, см^3;

$V_к$ — вместимость мерной колбы, см^3.

Раствор хранят в холодильнике при температуре от 2 до 5 °С не более 6 мес.

6.5.2.1б Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 100 мкг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 30 см^3 раствора йодид аммония/йод (6.3.4), пипеткой вносят 1,0 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 (6.5.2.1а), доводят до метки раствором йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре от 2 до 5 °С не более пяти дней.

6.5.2.1в Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 1,0 мкг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 20 см^3 раствора йодид аммония/йод (6.3.4), пипеткой вносят 1 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 100 мкг/дм^3 (6.5.2.1б), доводят до метки раствором реактива йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре от 2 до 5 °С не более пяти дней.

6.5.2.1г Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 0,5 мкг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 20 см^3 раствора йодид аммония/йод (6.3.4), пипеткой вносят 0,5 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 100 мкг/дм^3 (6.5.2.1б), доводят до метки раствором йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильнике при температуре от 2 до 5 °С не более пяти дней.

6.5.2.1д Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 0,2 мкг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 пипеткой помещают 10 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 1,0 мкг/дм^3 (6.5.2.1в), доводят до метки раствором йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед измерением.

6.5.2.1е Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 0,1 мкг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой помещают 10 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 1,0 мкг/дм^3 (6.5.2.1в), доводят до метки раствором йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед измерением.

6.5.2.1ж Градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 0,05 мкг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 пипеткой помещают 2,5 см^3 раствора ртути с массовой концентрацией 1,0 мкг/дм^3 (6.5.2.1в), доводят до метки раствором йодид аммония/йод (6.3.4) и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед измерением.

6.5.3 Вычисление фактического значения массовой концентрации ртути в приготовленных градуировочных растворах с номинальным содержанием.

Фактическое значение концентрации ртути в градуировочном растворе, приготовленном по 6.5.2.1б, определяют по формуле (1), используя в качестве $C_{исх}$ значение фактической концентрации ртути в градуировочном растворе, приготовленном по 6.5.2.1а.

Фактическое значение концентрации ртути в градуировочных растворах по 6.5.2.1в и 6.5.2.1г вычисляют по формуле (1), используя в качестве $C_{исх}$ фактическое значение концентрации ртути в градуировочном растворе, приготовленном по 6.5.2.1б.

Фактическое значение концентрации ртути в градуировочных растворах по 6.5.2.1д — 6.5.2.1ж определяют по формуле (1), используя в качестве $C_{исх}$ фактическое значение концентрации ртути в градуировочном растворе, приготовленном по 6.5.2.1в.

7 Отбор проб

Опасность — Ртуть при неправильном обращении вредна для здоровья. Следует избегать вдыхания паров ртути.

Предупреждение — Отбор проб должен соответствовать правилам техники безопасности в соответствии с [23] и *ГОСТ 31370*. Все используемое оборудование должно соответствовать правилам техники безопасности.

7.1 Общие положения

7.1.1 Предупредительные меры

В природном газе ртуть присутствует в очень низких концентрациях. Поэтому для получения достоверных результатов при определении такого низкого содержания ртути необходимо соблюдать аккуратность. Результаты анализа следовых количеств в значительной степени зависят от следующих факторов:

а) сорбции ртути оборудованием для отбора проб, приводящей к получению заниженных результатов содержания ртути;

б) фонового загрязнения ртутью внутренних поверхностей оборудования, химических реактивов или воздуха в лаборатории, приводящего к получению ошибочно завышенных результатов содержания ртути.

Поэтому перед использованием необходимо проверить все оборудование и химические реактивы, используемые в методе.

Ртуть легко сорбируется большинством материалов, обычно применяемых при отборе проб. Поэтому для получения приемлемых результатов следует использовать оборудование, изготовленное из материалов, не сорбирующих ртуть: кварцевое стекло, боросиликатное стекло или нержавеющую сталь. В зависимости от длины пробоотборных линий, используемого материала и скорости потока рекомендуется предварительное кондиционирование пробоотборной системы. Для ввода паров ртути в спектрометр рекомендуется использовать гибкие поливинилацетатные (PVA) трубки. Можно использовать трубки из других полимерных материалов, например политетрафторэтилена (PTFE) или полиамида (PA).

Примечание — Кондиционирование системы — это выдерживание оборудования и материалов для отбора проб при нормальных условиях в очищенной от ртути среде.

7.1.2 Условия отбора представительной пробы

Условия отбора проб природного газа приведены в [23] *и ГОСТ 31370.*

Вследствие сорбционной способности ртути (7.1.1) применяют только прямой отбор проб.

Перед отбором проб продувают *5 мин* систему отбора проб (пробоотборную линию и пробоотборный клапан) для удаления отложений или примесей. Избегают чрезмерной продувки, поскольку это может привести к промерзанию пробоотборного клапана в результате расширения газа (эффект Джоуля — Томсона).

Линии отбора проб и трубопроводы должны быть по возможности короткими.

Настоятельно рекомендуется использовать дополнительную байпасную линию для обхода пробоотборнной трубки. Это гарантирует высокую скорость газа в системе отбора проб (пробоотборная линия и пробоотборный клапан) и минимизирует сорбцию.

7.1.3 Отбор проб при высоком давлении

Отбор проб при высоком давлении (выше атмосферного давления) позволяет пропускать достаточно большой объем газа через пробоотборную трубку за короткое время без изменения давления и температуры газа. Это может также предупредить ретроградную конденсацию углеводородов. Для точного измерения объем пробы газа требуются теплообменники для нагревания газа перед снижением давления. Для обеспечения безопасности байпасную линию следует соединить с трубопроводом низкого давления или с раструбом и/или с вентиляционным выходом.

7.1.4 Применимость

Метод отбора проб применяют для определения содержания ртути в природном газе в диапазоне от 0,1 до 5000 мкг/м^3. Объем газа, пропущенного через пробоотборную трубку, должен содержать не более 20 мг сероводорода (H_2S) (абсолютное содержание) и не более 10 г/м^3 сконденсированных углеводородов ($C_{5+высш}$), определяемого по [24] в условиях отбора проб.

7.2 Процедура отбора проб ртути (см. рисунки 1a, 1b и 2)

Выполняют отбор проб ртути прямым методом (то есть с перерывами) по [23] *или ГОСТ 31370* при рабочем давлении.

Продувают *5 мин* пробоотборный клапан (см. рисунки 1a, 1b) для удаления отложений или загрязнений. Избегают чрезмерной продувки, поскольку это может привести к промерзанию пробоотборного клапана в результате расширения газа (эффект Джоуля — Томсона).

Пробоотборная линия для отбора проб ртути при высоком давлении (см. рисунки 1a и 1b) должна быть по возможности короткой для предотвращения потерь ртути в результате сорбции на внутренней поверхности линии отбора проб, а также при понижении температуры.

Подсоединяют нижнюю часть камеры для отбора проб ртути при высоком давлении (см. рисунок 2) таким образом, чтобы ее можно было зафиксировать в вертикальном положении. Используют соединительные трубки из нержавеющей стали.

После замены завинчивающейся крышки на пробоотборной трубке (см. рисунок 3) на соединительную трубку фиксируют пробоотборную трубку в нижней части камеры (см. рисунок 2) с использованием уплотнительного кольца круглого сечения. Навинчивают корпус камеры высокого давления (см. рисунок 2) на нижнюю часть и затягивают вручную.

Для предотвращения образования конденсата или промерзания предохранительных клапанов (см. рисунки 1a и 1b) нагревают предохранительный клапан (отбор пробы при давления до 10 МПа, см. рисунок 1a) или нагревают газ с помощью теплообменника (см. рисунок 1b) до предохранительных клапанов, которые соединяются двумя линиями (трубки из сплава NiMo16Cr15W — сталь № 2.4819 или рукава высокого давления с PTFE покрытием) с аппаратом для отбора пробы при высоком давлении (давление при отборе пробы до 40 МПа, см. рисунок 1b).

Когда температура обогреваемого предохранительного клапана достигнет приблизительно 50 °C или температура t_2 теплообменника достигнет приблизительно 90 °C, медленно открывают пробоотборный клапан и предохранительный клапан *V*1 (см. рисунки 1a и 1b). В зависимости от диаметра, длины пробоотборной линии и давления на входе регулируют объемный расход газа из системы через байпасную линию до 10 м^3/ч.

Пробоотборный патрубок с пробоотборным клапаном (см. рисунки 1a и 1b) и нижнюю часть камеры (см. рисунок 2) нагревают до температуры газа. Измеряют температуру t_1 датчиком температуры (см. рисунки 1a и 1b). Отбор пробы начинают после стабилизации температуры [когда расхождение значений температуры за 10 мин станет меньше 2 К (*2 °C*)].

Повышают давление в камере отбора пробы, медленно открывая клапан камеры (см. рисунки 1a и 1b). Не следует открывать клапан слишком быстро, так как это может привести к разрушению пробоотборной трубки.

Затем проверяют герметичность системы, выполняя испытание на образование пузырьков (*обмыливание*). При наличии утечки заменяют уплотнительное кольцо круглого сечения в нижней части камеры. Если при отборе пробы температура газа выше температуры окружающей среды, изолируют всю камеру отбора пробы при высоком давлении и пробоотборный патрубок с пробоотборным клапаном подходящим изолирующим материалом *(5.1.8)*.

Рекомендуется выполнить процедуру один раз до начала отбора пробы перед предварительным нагревом камеры отбора пробы. Удаляют пробоотборную трубку, которую использовали для этой цели.

Регистрируют значение давления p_1 на манометре (см. рисунки 1a и 1b).

Регистрируют начальное значение V_i газового счетчика (см. рисунки 1a и 1b), затем регулируют клапан сброса давления *V*2 для обеспечения следующего расхода газа:

- при давлении в системе $p > 6{,}0$ МПа расход газа — от 6 до 8 м^3/ч.
- при давлении в системе $p \le 6{,}0$ МПа расход газа, м^3/ч, равен численному значению p.

Регистрируют через равные промежутки времени (*не реже 1 раза в ч*) показания газового счетчика для температуры газа t_G и датчика давления p_G. Фиксируют показания как минимум в начале и конце отбора пробы.

Одновременно регистрируют значение барометрического давления окружающей среды p_a.

После прохождения через систему необходимого объема газа (от 0,15 до 2,00 м^3) постепенно закрывают клапан камеры (см. рисунки 1a и 1b) и регистрируют конечное показание V_f газового счетчика.

После каждой процедуры отбора пробы по возможности быстро заменяют пробоотборную трубку на новую чистую трубку, чтобы избежать потери тепла.

Если при отборе пробы поглощающий слой в пробоотборной трубке почти полностью обесцветился, то есть йод испарился или пробоотборная трубка полностью насыщена ртутью, устанавливают новую пробоотборную трубку и повторяют процедуру, пропуская меньший объем газа.

В каждой точке отбора (скважина, магистраль, байпасная линия) отбирают две пробы.

Примечание — Допускается проводить отбор проб по приложению ДБ.

7.3 Обработка пробы

Закрепляют пробоотборную трубку в аппарате для растворения (см. рисунок 4). Откачивают пробоотборную трубку через верхний запорный кран градуированного приемника вместимостью 50 $см^3$ с помощью вакуумного насоса при закрытом трехходовом кране. Затем закрывают нижний запорный кран градуированного приемника и открывают трехходовой кран, чтобы пробоотборная трубка с силикагелем полностью заполнилась раствором NH_4I/I_2 из круглодонного резервуара.

Слегка открывают нижний запорный кран градуированного приемника, чтобы раствор NH_4I/I_2 поступал в градуированный приемник. Пропускают 50 $см^3$ этого раствора через пробоотборную трубку в приемник в течение примерно 10 мин.

Во время этой процедуры верхний запорный кран градуированного приемника удерживают открытым и подключенным к вакуумному насосу. В условиях вакуума поглощенные углеводороды в основном испаряются, предотвращая негативное воздействие на последующее измерение.

Закрывают оба запорных крана градуированного приемника и трехходовой кран и снимают градуированный приемник. Несколько раз встряхивают содержимое приемника с раствором NH_4I/I_2 и переносят его в контейнер для образца коричневого цвета.

Допускается переносить содержимое приемника с раствором NH_4I/I_2 в контейнер или емкости по 5.5.17.

8 Определение содержания ртути

Предупреждение — При неправильном обращении ртуть представляет опасность для здоровья. Следует избегать вдыхания паров ртути.

Измерения проводят при следующих условиях:

- температура окружающей среды — (25 ± 5) °С;

- относительная влажность воздуха — не более 80 %;

- атмосферное давление — от 84,0 до 106,7 кПа.

8.1 Определение содержания ртути методом AAS или AFS

Выполняют аналитическое определение с использованием AAS (5.4) с возможностью коррекции фона или AFS (5.4) с блоком восстановления, оснащенных проточной или инжекционной системой ввода.

Допускается использовать атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр) любого типа с ртутно-гидридной приставкой, позволяющей проводить измерения по методу холодного пара, оснащенный спектральными лампами для определения ртути и устройством для коррекции неселективного поглощения (фона) или атомно-флуоресцентного спектрометра с ртутно-гидридной приставкой.

Помещают 20 $см^3$ раствора гидроксида калия (6.4.1) *или 20 % раствор гидроксида натрия (6.4.1.1)* и 20 $см^3$ воды (6.1) в сосуд для восстановления *ртутно-гидридного блока* прибора AAS или AFS. Затем добавляют от 10 до 1000 мкл раствора ртути. Следует убедиться, что содержание ртути остается в линейном диапазоне AAS или AFS. Растворы с более высоким содержанием ртути разбавляют раствором NH_4I/I_2 (6.3.4).

Для восстановления соединений ртути до элементарной ртути добавляют 1,25 $см^3$ восстанавливающего раствора (6.4.3). Выделяют ртуть с помощью потока инертного газа и детектируют AAS или AFS. При использовании методов ввода в поток и непрерывного потока используют один и тот же восстанавливающий раствор. При использовании AAS без коррекции фона на определение содержания ртути может влиять наличие конденсата (углеводородов) в растворе.

Примечание — Объемы растворов могут отличаться от указанных в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

8.2 Градуировка

Градуируют приборы AAS или AFS с помощью градуировочных растворов *(не менее 5)* с известным содержанием ртути (6.5.2), *максимально близким к ожидаемому содержанию ртути в анализируемых пробах* по 8.1.

Повторяют эту процедуру до тех пор, пока относительное стандартное отклонение для трех последовательных измерений *массовой концентрации ртути в градуировочных растворах* не будет превышать 3 %. Для градуировочной кривой, проходящей через начало координат, необходимо не менее двух точек с разным содержанием ртути в пределах измеряемого диапазона или не менее трех точек для градуировочной кривой, не проходящей через начало координат.

По градуировочной кривой получают соответствующий коэффициент отклика измеренного сигнала для раствора.

Измеренный сигнал для градуировочного раствора ртути можно использовать для построения контрольных карт для подтверждения правильности работы прибора и процедуры выполнения метода.

Градуировку проводят с использованием программного обеспечения анализатора непосредственно перед выполнением измерений.

8.2.1 Проверка приемлемости градуировочного коэффициента

Проверку приемлемости градуировочного коэффициента проводят после его определения по 8.2 путем вычисления коэффициента корреляции и относительного отклонения (d, %) значения массовой концентрации ртути, вычисленной по градуировочному коэффициенту, от фактического значения массовой концентрации ртути в градуировочном растворе.

Градуировочный коэффициент признают приемлемым при выполнении следующих условий:

- значение коэффициента корреляции — не менее 0,99;

- значение относительного отклонения d, %, для каждой точки градуировочной кривой — не более 10 %.

Если эти условия не выполняются, исследуют и устраняют причины неудовлетворительных результатов, после чего повторяют градуировку.

Градуировку повторяют при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочного коэффициента (10.2).

При постоянном применении методики рекомендуется регистрировать результаты измерений на контрольных картах (карте средних значений и карте размахов), например по [25].

8.3 Холостой опыт

Используемые реактивы могут содержать следы ртути. Корректируют значения содержания ртути в пробе, вычитая результаты холостого опыта из определенного содержания ртути. Проверяют содержание ртути в холостой пробе для каждой новой партии используемых реактивов по 7.3 и 8.1. Проводят измерения с использованием не менее трех новых пробоотборных трубок. Содержание ртути в холостой пробе должно быть не более 1 мкг/дм^3 в конечном растворе, используемом для определения по 8.1.

Примечание — Для определения содержания ртути по 8.1 *содержание Hg в холостой пробе должно быть не более 0,05 мкг/дм^3.*

9 Вычисление результатов измерений

9.1 Вычисляют массу ртути, сорбированной в пробоотборной трубке, в нанограммах по формуле

$$m_{Hg} = \frac{AV_1}{R_f V_2}, \qquad (2)$$

где A — значение аналитического сигнала для методов ААС или АФС, условные единицы;

V_1 — *общий объем подготовленной пробы ртути, см^3;*

R_f — *значение градуировочного коэффициента, вычисленное с помощью программного обеспечения анализатора, условные единицы, деленное на 1 нг ртути;*

V_2 — *объем аликвоты пробы ртути, взятый для анализа, см^3.*

Корректируют массу ртути на ее содержание в холостой пробе по формуле

$$m_{Hg,corr} = m_{Hg} - m_{blank}, \quad (3)$$

где $m_{Hg,corr}$ *— скорректированная масса ртути в пробе, нг;*

m_{blank} *— масса ртути в холостой пробе, вычисленная по формуле (2), нг.*

9.2 Вычисляют объем газа, пропущенного через пробоотборную трубку, при 293,15 К и 101,325 кПа, дм^3*,* V_G*, по формуле*

$$V_G = \frac{(V_f - V_i)\cdot(p_a + p_G)T_N}{p_N(273 + t_G)}, \quad (4)$$

где V_f *— показания газового счетчика после отбора пробы на ртуть, дм*^{3}*;*

V_i *— показания газового счетчика перед отбором пробы на ртуть, дм*^{3}*;*

p_a *— значение давления окружающей среды, кПа;*

p_G *— значение давления на входе в газовый счетчик (среднеарифметическое значение за время отбора пробы на ртуть), кПа;*

T_N *— значение стандартной температуры, равное 293,15 К;*

p_N *— значение стандартного давления, равное 101,325 кПа;*

t_G *— температура газа после газового счетчика (среднеарифметическое значение за время отбора пробы ртути), °С.*

9.3 Вычисляют массовую концентрацию ртути β_{Hg}*, нг/дм*^{3}*, равную микрограммам ртути на кубический метр газа, при стандартных условиях по формуле*

$$\beta_{Hg} = \frac{m_{Hg,corr}}{V_G}. \quad (5)$$

9.4 За результат измерения массовой концентрации ртути в природном газе принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений (7.2), для которых выполняется условие

$$\left|\beta_1 - \beta_2\right| \le 0{,}01 \cdot \beta \cdot r_{отн}, \quad (6)$$

где β_1 *и* β_2 *— результаты двух определений массовой концентрации ртути, мкг/м*^{3}*;*

β *— среднеарифметическое значение результатов двух определений, мкг/м*^{3}*;*

$r_{отн}$ *— предел повторяемости двух определений (см. таблицу 1), %.*

Если условие (6) не выполняется, проводят еще одно (или два) определение и проверяют приемлемость трех (или четырех) полученных значений.

Вычисляют критический диапазон при доверительной вероятности 95 % $CR_{0,95}$ *по формуле (7) в соответствии с [25].*

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot r_{отн} / 2{,}8, \quad (7)$$

где f(n) — значение коэффициента критического диапазона [значение f(n) равно 3,3 и 3,6 для трех и четырех определений (n) соответственно];

$r_{отн}$ *— предел повторяемости (см. таблицу 1), %.*

Если расхождение полученных значений максимальной и минимальной массовой концентрации ртути превышает критический диапазон при доверительной вероятности 95 % $CR_{0,95}$*, то выясняют и устраняют причины неудовлетворительной приемлемости, после чего повторяют измерения.*

Таблица 1 — Пределы повторяемости при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерения массовой концентраций ртути, мкг/м^3	*Предел повторяемости результатов определений* $r_{отн}$*, %*
От 0,1 до 100,0 включ.	*30*
Св. 100,0 до 5000 включ.	*25*

9.5 Среднеарифметическое значение результатов двух определений β, мкг/м^3, представляют в виде: β ± U, мкг/м^3, при k = 2,

где U — значение абсолютной расширенной неопределенности измерений, вычисляемое по формуле (8);

k — коэффициент охвата.

$$U = 0{,}01 \cdot U^0 \cdot \beta, \qquad (8)$$

где U^0 — значение относительной расширенной неопределенности измерений по таблице 2.

9.6 Округляют результат измерения массовой концентрации ртути следующим образом.

Сначала округляют вычисленное значение расширенной неопределенности U(β) до значащей цифры, при этом сохраняют:

- две цифры, если первая значащая цифра равна 1 или 2;

- одну цифру, если первая значащая цифра равна 3 и более.

Затем округляют результат измерения массовой концентрации ртути до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение абсолютной расширенной неопределенности U.

Если измеренное значение массовой концентрации ртути в пробе менее нижней границы диапазона измерений, то результат измерений записывают в виде:

содержание ртути < 0,10 мкг/м^3 или содержание ртути менее 0,10 мкг/м^3.

Примеры записи результата измерений массовой концентрации ртути:

β = (0,100 ± 0,025) мкг/м^3;

β = (1,00 ± 0,25) мкг/м^3;

β = (50 ± 13) мкг/м^3;

β = (0,39 ± 0,08)10^3 мкг/м^3 или (0,39 ± 0,08) мг/м^3.

β < 0,10 мкг/м^3 или β менее 0,10 мкг/м^3.

10 Характеристики погрешности измерений

10.1 Неопределенность измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений U^0 при коэффициенте охвата k = 2, равном 2, приведена в таблице 2.

Таблица 2 — Значения относительной расширенной неопределенности измерений

Диапазон измерения массовой концентрации ртути, мкг/м^3	*Относительная расширенная неопределенность измерений* U^0, %*
От 0,1 до 100,0 включ.	*25*
Св. 100,0 до 5000,0 включ.	*20*
**Соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95.*	

10.2 Контроль стабильности градуировочного коэффициента

Стабильность градуировочного коэффициента проверяют, анализируя градуировочный раствор ртути с номинальным значением массовой концентрации 0,1 мкг/дм^3 (6.5.2.1е), после построения градуировочной кривой и после анализа 15—20 проб ртути.

Анализируют две аликвоты градуировочного раствора (6.5.2.1е) по 8.1 и вычисляют массу ртути m_{Hg} в каждой аликвоте, используя полученный градуировочный коэффициент. Вычисляют относительное отклонение δ_0, %, по формуле

$$\delta_0 = \frac{\left| m_{Hg} - m_k \right|}{m_k} \cdot 100 \le 10\ \%, \qquad (9)$$

где m_k — фактическое значение массы ртути в градуировочном растворе (6.5.2.1.6), нг.

Если условие (9) не выполняется, исследуют и устраняют причины неудовлетворительных результатов, после чего повторяют градуировку.

При повторном невыполнении условия (9) необходимо заново провести определение градуировочного коэффициента.

Примечание — При применении контрольных карт значения δ_0 используют в качестве первоначального норматива (предел действия), который затем корректируют по накопленным в лаборатории данным.

10.3 Контроль правильности результатов измерений

Правильность результатов измерений контролируют при освоении методики оператором, а также в соответствии с планом внутрилабораторного контроля.

При контроле используют газовую смесь (контрольную смесь), получаемую на термодиффузионном генераторе ГГС-Т с источником микропотока ртути ИМ-Hg 1-го разряда по ГОСТ 8.578, допускается использовать альтернативный источник ртути по [1], газ-разбавитель — метан или аттестованную газовую смесь в баллоне (контрольная смесь).

Массовую концентрацию ртути на выходе генератора вычисляют по формуле

$$\beta_{Hg_д} = \frac{П \cdot 1000}{Q}, \qquad (10)$$

где $\beta_{Hg_д}$ — фактическое значение массовой концентрации ртути, мкг/м^3;

П — производительность источника микропотока ртути ИМ-Hg, указанная в паспорте генератора ГГС-Т, мкг/мин;

Q — расход газовой смеси или газа-разбавителя, дм^3/мин.

Для контрольной газовой смеси выполняют процедуры отбора проб, приведенные в разделе 7, и порядок проведения измерений по разделу 8. Результат измерений β_{Hg} получают в мкг/м^3.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\left|\beta_{Hg} - \beta_{Hg_д}\right| \le U(\beta_{Hg}), \qquad (11)$$

где U — расширенная неопределенность измерений, мкг/м^3.

11 Протокол измерений

Протокол должен включать следующую информацию:

- обозначение настоящего стандарта;
- дату и время отбора пробы;
- место отбора пробы;
- характеристики газа при отборе пробы на ртуть, например температура, давление, количество пропущенного газа;
- метод отбора пробы;
- метод анализа (прибор AAS или AFS);
- общее содержание ртути в микрограммах на кубический метр (мкг/м^3), с неопределенностью, вычисленной в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерения» (GUM) *или по таблице 2*;
- результаты калибровки;
- результаты холостого измерения;
- отклонения от установленной процедуры при отборе пробы и проведении измерений.

Приложение ДА
(справочное)

Текст разделов, не включенных в настоящий стандарт

9 Вычисления

9.1 Вычисляют массу ртути m_{Hg}, нг, собранной в пробоотборной трубке по формуле

$$m_{Hg} = \frac{AV_1}{R_f V_2}, \quad (1)$$

где A — значение интегрированного сигнала, отображенного AAS или AFS, условные единицы;
V_1 — общий объем раствора ртути (7.3), см^3;
R_f — коэффициент отклика, полученный по калибровочной кривой на нанограмм ртути, условные единицы;
V_2 — объем раствора ртути, использованный для анализа, см^3.

Корректируют массу ртути $m_{Hg,corr}$ на содержание ртути в реактивах по формуле

$$m_{Hg,corr} = m_{Hg} - m_{blank}, \quad (2)$$

где m_{blank} — масса ртути в холостой пробе, вычисленная по формуле (1), нг.

9.2 Вычисляют объем газа, пропущенного через пробоотборную трубку, V_G, дм^3, при 273,15 К и 1013,25 гПа по формуле

$$V_G = \frac{(V_f - V_i)(p_a + p_G)T_N}{p_N(T_N + t_G)}, \quad (3)$$

где V_f — конечное значение объема газа по газовому расходомеру, дм^3;
V_i — начальное значение объема газа по газовому расходомеру, дм^3;
p_a — значение давления окружающей среды, гПа;
p_G — значение давления по датчику давления (среднеарифметическое значение за время отбора пробы), гПа;
T_N — значение нормальной температуры, равное 273,15 К;
p_N — значение нормального давления, равное 1013,25 гПа;
t_G — значение температуры газа внутри газового счетчика (среднеарифметическое значение за время отбора пробы), °С.

Вычисляют содержание ртути как массовую концентрацию β_{Hg} в нанограммах на литр (нг/дм^3), равную микрограммам на кубический метр газа (мкг/м^3), при нормальных условиях по формуле

$$\beta_{Hg} = \frac{m_{Hg\,corr}}{V_G}. \quad (4)$$

10 Прецизионность

10.1 Общие положения

Прецизионность метода была получена статистическим исследованием результатов межлабораторных исследований.

10.2 Повторяемость и воспроизводимость

10.2.1 Повторяемость

Имеется небольшое количество статистических данных. Однако предполагается, что расхождение результатов повторных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одном и том же приборе при постоянных рабочих условиях для идентичного испытуемого газа, будет находиться в пределах ± 3 % (с пределом доверительной вероятности 95 %).

10.2.2 Воспроизводимость

Имеется небольшое количество статистических данных. Однако предполагается, что расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом газе при нормальном и правильном выполнении метода, будут находиться в пределах ± 7 % (с пределом доверительной вероятности 95 %).

10.3 Неопределенность

Неопределенность, основанная на межлабораторном сравнении измерений количества ртути в растворе образца, обычно не превышает ± 20 %, включая как смещение, так и неопределенность измерения.

Приложение ДБ
(рекомендуемое)

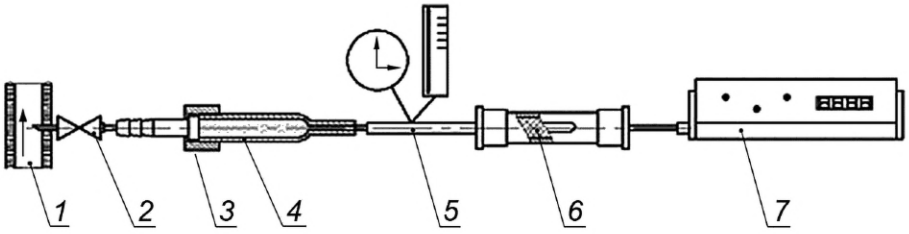
Отбор проб при давлении, близком к атмосферному

ДБ.1 Отбор и подготовка проб

ДБ.1.1 Подготовку пробоотборной трубки проводят по 5.1.1.2 настоящего стандарта.

ДБ.1.2 Проводят прямой отбор проб на ртуть при давлении в газопроводе, близком к атмосферному (см. рисунок А.1).

Природный газ для проведения измерений на ртуть отбирают непосредственно из пробоотборной линии (соединения в месте отбора должны быть как можно короче и выполнены из нержавеющей стали или фторопласта), пропуская газ через сорбционную трубку и регулируя поток вентилем тонкой регулировки. Для предотвращения конденсации нагревают пробоотборную линию и вентиль, используя теплообменник по 5.1.5.



1 — газовая линия (байпас); 2 — вентиль тонкой регулировки; 3 — пробоотборная трубка; 4 — защитная камера; 5 — датчики температуры и давления; 6 — угольный фильтр; 7 — газовый счетчик

Рисунок ДБ.1 — Схема отбора проб

Записывают начальное значение V1 на газовом счетчике, затем регулируют вентиль 2 до получения следующего расхода газа:

- при давлении в системе p > 6,0 МПа, объемный расход газа от 6 до 8 м^3/ч;

- при давлении в системе p ≤ 6,0 МПа объемный расход газа (м^3/ч), равный численному значению давления, выраженному в МПа.

Записывают показания газового счетчика, значения температуры газа t_G и давления p_G через одинаковые интервалы времени. Обязательно записывают показания газового счетчика, значения температуры и давления в начале и конце отбора пробы. Одновременно записывают показания барометра для определения атмосферного давления.

При отборе пробы пробоотборная трубка должна быть защищена светонепроницаемой бумагой темного цвета. Отобранные пробы можно хранить в герметичной светонепроницаемой упаковке в холодильнике при температуре от 2 до 5 °С не более 1 сут.

Когда требуемый объем газа (от 0,15 до 2 м^3) пройдет через систему, плавно закрывают вентиль на пробоотборной линии и записывают конечное показание V_f газового счетчика.

После каждой процедуры отбора пробы заменяют пробоотборную трубку новой.

Если поглощающий слой в пробоотборной трубке почти полностью обесцветился во время отбора пробы на ртуть, то есть йод испарился или пробоотборная трубка насытилась, устанавливают новую пробоотборную трубку и повторяют процедуру, пропуская меньший объем газа.

Проводят два последовательных отбора пробы на ртуть.

П р и м е ч а н и е — Не применяют пробоотборные линии из металлов и сплавов, образующих амальгаму (медь, латунь, алюминий).

Приложение ДВ
(рекомендуемое)

Определение содержания жидких углеводородов (жидкого остатка)

Природный газ, транспортируемый по газопроводам, подвергают предварительной подготовке (сепарация, нагрев), он не должен содержать жидких углеводородов. При транспортировании неподготовленного природного газа существует вероятность образования жидкой фазы при отборе природного газа для определения содержания в нем ртути.

ДВ.1 Содержание жидких углеводородов определяют расчетным методом по результатам определения компонентного состава природного газа по ГОСТ 31371.7.

ДВ.2 При расчете учитывают содержание компонентов природного газа с количеством атомов углерода 5 и более ($C_{5\text{ и более}}$), которые могут конденсироваться в условиях отбора проб, при содержании каждого из них более 0,005 %.

ДВ.3 Пересчитывают значения молярной доли в процентах для выбранных компонентов в значения массовой концентрации, г/м^3, по формуле

$$\beta_x = \frac{10 \cdot X \cdot M}{24{,}04}, \qquad (ДВ.1)$$

где X — *молярная доля компонента, %;*
M — *молярная масса компонента, г/моль;*
$24{,}04$ — *молярный объем газа при стандартных условиях (101,325 кПа и 293,15 К), дм^3/моль;*
10 — *коэффициент пересчета.*

ДВ.4 Содержание жидких углеводородов в условиях отбора вычисляют, суммируя полученные значения массовой концентрации компонентов природного газа, которые могут конденсироваться, по формуле

$$\beta_{PHCL} = \sum_{i=1}^{n} \beta_x \cdot \qquad (ДВ.2)$$

Приложение ДГ
(рекомендуемое)

Требования к условиям проведения измерений и квалификации персонала

При отборе проб природного газа и определении массовой концентрации ртути соблюдают требования ГОСТ 12.1.005, [26], [27] и [28].

Помещения должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

К отбору проб, подготовке проб к измерению, выполнению измерений и обработке результатов измерений допускаются специалисты со средним специальным или высшим техническим образованием, прошедшие подготовку по технике безопасности в нефтяной и газовой промышленности, в том числе по правилам безопасности при работе в химической лаборатории, пожарной безопасности и промышленной санитарии, владеющие техникой отбора проб, проведения анализа и процедурами обработки результатов измерений, изучившие руководства по эксплуатации применяемых средств измерений и освоившие методику.

Приложение ДД
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном стандарте

Таблица ДД.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного межународного стандарта
ГОСТ 31370—2008 (ИСО 10715:1997)	MOD	ISO 10715:1997 «Газ природный. Руководство по отбору проб»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - MOD — модифицированный стандарт.		

Библиография

[1]	ISO 6978-2:2003	Natural gas — Determination of mercury: — Part 2: Sampling of mercury by amalgamation on gold/platinum alloy (Природный газ. Определение ртути. Часть 2. Отбор проб ртути амальгамированием сплава золота/платины)
[2]	ISO 14532	Natural gas — Vocabulary (Природный газ. Словарь)
[3]	ГОСТ Р 53865—2010	Системы газораспределительные. Термины и определения
[4]	ГОСТ Р 53521—2009	Переработка природного газа. Термины и определения
[5]	ГОСТ Р 56333—2015	Газы горючие природные. Стандартные условия измерения и вычисления физико-химических свойств
[6]	ТУ 14-1-1215—75	Лента из коррозионно-стойкого сплава марки ХН65МВ
[7]	ТУ 25-1110.039	Трубки сорбционные СТ 412 или СТ 212
[8]	ТУ 25-05-1664—74	Манометры и вакуумметры деформационные образцовые с условными шкалами типов МО и ВО. Технические условия
[9]	ТУ 3612-023-00220302—01	Аппараты теплообменные кожухотрубчатые с плавающей головкой, кожухотрубчатые с u-образными трубами и трубные пучки к ним
[10]	ТУ 25-04-1513	Барометр-анероид метрологический БАММ-1
[11]	ТУ 5763-055-00204961—00	Материалы теплоизоляционные на основе стекловолокна с фольгированным или пленочным покрытием
[12]	ТУ 92-865-001—90	Отстойники стеклянные
[13]	Технические условия ШДЕК. 418313.009—2010 ТУ	Рабочий эталон 1-го разряда — генератор газовых смесей ГГС модификация ГГС-Т
[14]	Технические условия ШДЕК. 418319.010—2014 ТУ	Источник микропотока ртути ИМ-Hg
[15]	ТУ 9398-003-00152102—2003	Трубка силиконовая прозрачная
[16]	ГОСТ Р 51477—99	Тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ. Технические условия
[17]	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987)	Вода для лабораторного анализа. Технические условия
[18]	ТУ 6-09-538	Хлорид олова (II) 2-водный
[19]	ТУ 51-841—87	Метан газообразный. Технические условия
[20]	ТУ 2631-139-44493179—11	н-Пентан
[21]	ТУ 6-09-02-490—90	Аммоний иодид (аммоний йодистый) чистый для анализа, чистый
[22]	ISO 14111	Natural gas. Guidelines to traceability in analysis (Газ природный. Руководящие указания по прослеживаемости при анализе)
[23]	ISO 10715	Natural gas. Sampling guidelines (Природный газ. Руководство по отбору проб)
[24]	ISO 6570	Natural gas. Determination of potential hydrocarbon liquid content. Gravimetric methods (Природный газ. Определение потенциального содержания жидких углеводородов. Гравиметрический метод)
[25]	ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
[26]	ГОСТ Р 12.4.297	Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная для защиты от повышенных температур теплового излучения, конвективной теплоты, выплесков расплавленного металла, контакта с нагретыми поверхностями, кратковременного воздействия пламени. Технические требования и методы испытаний
[27]	Санитарные правила СанПиН 4607—88	Санитарные правила при работе с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением
[28]	Межотраслевые правила по охране труда ПОТ Р М-016—2001	Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок

УДК 662.767:658.562:006.354 МКС 75.060 MOD

Ключевые слова: природный газ, определение ртути, подготовка пробы путем хемосорбции ртути на йоде

БЗ 10—2017/3

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *И.Г. Иваньшина*

Сдано в набор 28.02.2018. Подписано в печать 20.03.2018. Формат $60\times84^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,37. Тираж 21 экз. Зак. 449.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru