МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ ПО ПЕРЕРАБОТКЕ ГАЗА
(ВНИПИГАЗПЕРЕРАБОТКА)

РД 39-32-1316-85

КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ РЕГЕНЕРИРОВАННОГО И НАСЫЩЕННОГО МОНОЭТАНОЛАМИНА ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСТАНОВОК СЕРООЧИСТКИ ГПЗ

КРАСНОДАР, 1985 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство нефтяной промышленности

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель министра
_____ Ш.С.Донгарян
"18" 05 1985 г.

КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ РЕГЕНЕРИРОВАННОГО И НАСЫЩЕННОГО МОНОЭТАНОЛАМИНА ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСТАНОВОК СЕРООЧИСТКИ ГПЗ

РД 39-32-I3I6-85

НАСТОЯЩИЙ ДОКУМЕНТ РАЗРАБОТАН:
ВСЕСОЮЗНЫМ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИМ И ПРОЕКТНЫМ ИНСТИТУТОМ ПО ПЕРЕРАБОТКЕ ГАЗА

Зам.директоре по научной работе _____ Е.М. Бреценко

Ответственный исполнитель:

Зав.лабораторией № 3 _____ Г.Ф. Фомин

СОГЛАСОВАНО:

Директор Андижанского СПКБ _____ Р.Х. Отуджев

Начальник НПО "Союзнефтегазпереработка" _____ Н.П. Волков

Начальник Технического управления _____ Ю.Н. Байдиков

АННОТАЦИЯ

Методика "Комплексный анализ регенерированного и насыщенного моноэтаноламина" разработана для лабораторного контроля технологического процесса очистки нефтяного газа от кислых компонентов водными растворами моноэтаноламина.

Методика состоит из 2-х частей:

- методики газохроматографического определения углекислого газа, сероводорода и моноэтаноламина в водных растворах моноэтаноламина с помощью детектора по теплопроводности;
- методики определения смолистых веществ.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Комплексный анализ регенерированного и насыщенного моноэтаноламина для технологических установок сероочистки ГПЗ

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности
от 8.10.85 №573 Срок введения установлен с 01 01 86
Срок действия до 01 01 91

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. Настоящая методика обязательна для всех газоперерабатывающих заводов НПО "Союзнефтегазпереработка", имеющих очистку нефтяного газа от кислых компонентов водными растворами моноэтаноламина.

Методика устанавливает определение содержания углекислого газа, сероводорода, моноэтаноламина и смолистых веществ в водных растворах моноэтаноламина в диапазоне концентраций с массовой долей, %:

Углекислый газ	0,01 ÷ 20
сероводород	0,01 ÷ 40
моноэтаноламин	0,01 ÷ 40
смолистые вещества	0,01 ÷ 5

I.2. Параметры анализируемой смеси:

Температура, К (^{o}C)	298 ± 5 (25±5)
Давление, кПа, регенерированного водного раствора	103,4 ± 9,8
насыщенного водного раствора	506,4 ÷ 6006,4

I.3. Содержание примесей в анализируемой смеси с массовой долей, %, не более :

кислород 0,02

неидентифицированные компоненты 2

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

Перечень средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов

Таблица I

Наименование оборудования (материалов)	Тип, марка	Технические характеристики	Обозначение ГОСТа или ТУ
I	2	3	4
Газовый хроматограф с детектором по теплопроводности	ЛХМ-80	Чувствительность по пропану, объемная доля, %, не менее $1{,}00 \cdot 10^{-3}$	
Интегратор	И-02		ТУ 25-04-3194-76
Стеклоткань			ГОСТ 1907-74
Шкаф сушильный	ШС	с температурой нагрева до 200°С	ТУ 25-02-210718-78
Секундомер		кл.2	ГОСТ 5072-79
Хлороформ	Ч		ГОСТ 20015-74
Посуда лабораторная фарфоровая			ГОСТ 9147-80
Эксикатор	ЭВ		ГОСТ 6371-73
Гелий в баллоне	ВЧ		ТУ 51-940-80
Набор сит "физприбор"			ГОСТ 3584-73
Стекловата			ГОСТ 10727-73
Вакуумнасос	ВН-461М		ТУ-26-06-459-69

Продолжение табл.I

I	2	3	4
Пробоотборники из нержавеющей стали двухвентильные			ГОСТ I492I-78
Вакуумный шланг	$d_{вн.}$ = =5 мм		
Термометр	ТЛ-4	предел шкалы 0÷250°С	ГОСТ 2823-74
Манометр			ГОСТ 2405-80
Микрошприц	МШ-IO		ТУ 6-5Е2.833024I4-79Е
Весы аналитические лабораторные	ВЛРА-200		ТУ 25 06.II3I-79Е
Редуктор кислородный	ДКП-I-65		ТУ 26-05-463-76
Колонка спиральная из нержавеющей стали, *стекла и тефлона*		$d_{вн.}$=0,003мм l= 3 м	ГОСТ I6285-80
Натрий сернистый (сульфид натрия)	ЧДА		ГОСТ 2053-77
Кислота соляная	х.ч.		ГОСТ 3II8-77
Двуокись углерода газообразная	пищевая		ГОСТ 8050-76
Полихром-I			ТУ 6-09-3603-74
I,2,3-трис(β-цианэтокси-пропан)	чда		ТУ 6-09-I704-77
Натрия гидроокись	чда		ГОСТ 4328-77
Моноэтаноламин	ч		ТУ 6-02-9I5-79
Аппарат стеклянный для получения газа			ГОСТ 8058-73
Реактивы поверхностно-активные	ОП-7, ОП-IO		ГОСТ 8433-8I
Баня песочная			

Продолжение табл. I

I	2	3	4
Муфельная печь		с нагревом до 800°С	
Воронка стеклянная химическая			ГОСТ 25336-82
Лупа измерительная		ЛИ-3-10х	ГОСТ 8309-75
Ацетон		чда	ГОСТ 2603-79
Бензол		чда	ГОСТ 5955-75
Фильтровальная бумага			ТУ 13-04-666-80
Фильтровальная ткань			ГОСТ 6102-78
Пипетки стеклянные градуированные		V=20мл V=1 мл	ГОСТ 20292-74
Флакончики (из-под пенициллина) с мягкими пробками		V=14 мл	ТУ 64-2-63-71
Химические стаканы		V = 100 мл V = 50 мл	ГОСТ 1770-74

х Примечание: Все приборы и оборудование должны проходить периодическую поверку. Допускается применение приборов и оборудования с техническими характеристиками, аналогичными указанным в табл. I.

3. МЕТОДИКА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВОДНЫХ РАСТВОРОВ МОНОЭТАНОЛАМИНА

3.I. Метод измерений

Метод газохроматографического анализа заключается в разделении жидкой пробы водного раствора моноэтаноламина на компоненты в газохроматографической колонке, в преобразовании спектра компонентов в электрические сигналы и регистрации их на диаграммной

ленте вторичного прибора в виде ряда пиков. Площади пиков рассчитываются интегратором или ручным способом методом вписанного треугольника. Зависимости выходного сигнала детектора от концентрации каждого компонента в смеси устанавливаются по результатам предварительной градуировки прибора.

3.2. Подготовка хроматографической аппаратуры

3.2.1. Хроматографическую колонку перед заполнением сорбентом тщательно промывают 1-% ным раствором поверхностно-активного вещества ОП-7 (ОП-10) в дистиллированной воде, затем колонку промывают последовательно: дистиллированной водой, бензолом, ацетоном или спиртом. Колонку высушивают в сушильном шкафу при температуре 110°С в течение 1 часа.

3.2.2. В химическом стакане с точностью до 0,001 г взвешивают 100 г твердого носителя Полихром-1 или Полисорба-1, высыпают в фарфоровую чашку тонким слоем, заливают раствором 1,2,3-цианэтоксипропана в хлороформе. Хлороформа берут достаточное количество, чтобы весь носитель был покрыт раствором. В случае применения Полихрома-1 берут 15 г 1,2,3-цианэтоксипропана, для Полисорба - 1-2 г на 100 г носителя. Хлороформ выпаривают на песочной бане при постоянном перемешивании стеклянной палочкой. Выпаривание хлороформа проводят в вытяжном шкафу при включенной вентиляции до состояния сыпучести сорбента. После чего сорбент высушивают в сушильном шкафу при температуре 70-80°С в течение часа.

3.2.3. Заполнение колонки производят с помощью вакуумнасоса. Конец колонки, предназначенный для подсоединения к детектору, закрывают тампоном из стекловаты (стеклоткани) и подсоединяют к вакуумнасосу. К другому концу колонки с помощью вакуумного шланга присоединяют воронку и приступают к заполнению, подавая через воронку сорбент непрерывно небольшими порциями при постоянном постукивании колонки.

В случае отсутствия вакуумнасоса колонку заполняют в распрямленном виде с последующим свертыванием в спираль того же диаметра.

3.2.4. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, предварительно убедившись в наличии ватных тампонов с обоих концов, и не подсоединяя к детектору, активируют в токе газа-носителя в интервале температур от 50°С до 160°С в течение 8 ч со скоростью подъема температуры 15°С/ч и расходом газа-носителя 50 $см^3$/мин. Затем колонку активируют дополнительно в течение 8 ч при температуре 160°С и подсоединяют к детектору.

3.2.5. Монтаж, наладка, включение в сеть хроматографа должны соответствовать "Техническому описанию и инструкции по эксплуатации" применяемого прибора.

3.2.6. Во избежание попадания сероводорода в помещение лаборатории при анализе насыщенных растворов моноэтаноламина выходы детектора и устройства узла ввода должны быть подсоединены к поглотительной склянке, заполненной 30%-ным раствором гидроокиси натрия.

3.2.7. Анализ водных растворов моноэтаноламина должен проводиться на хроматографах, прошедших поверку по ГОСТ 8.485-83. Установленная колонка должна обеспечивать полное разделение всех пиков компонентов и эффективность по углекислому газу $N \geq 900$. Эффективность колонки определяется согласно ГОСТ 17567-81.

3.3. Проведение хроматографического анализа

3.3.1. При проведении хроматографического анализа должны быть соблюдены все требования ГОСТ 24313-80, пункт 1 и условия табл.2. Анализ проводится в режиме ступенчатого программирования.

Таблица 2

Условия хроматографического анализа

Наименование показателя	Норма
1	2
Температура испарителя, °С	200

Продолжение табл. 2

I	2	
Температура термостата колонок, °С		
начальная	60	
конечная	160	
Температура термостата детектора, °С	200	
Твердый адсорбент	Полихром-1	Полисорб-1
Фракция, мм	0,25-0,315	
Количество неподвижной фазы на 100 г твердого носителя	15	2
Расход газа-носителя, гелия, $см^3$/мин	50	50
Скорость подачи диаграммной ленты, мм/ч		
при записи углекислого газа и сероводорода	1800	720
При записи воды	720	240
При записи моноэтаноламина	240	240
Коэффициент ослабления выходного сигнала	Подбирается экспериментально	
Объем вводимой пробы регенерированного раствора, $мм^3$	1 ÷ 3	

3.3.2. Отбор проб осуществляется в соответствии с технологическим регламентом. Анализ насыщенного моноэтаноламина рекомендуется проводить в случаях пусконаладочных работ и корректировки технологического режима установки. Отбор проб насыщенного раствора моноэтаноламина осуществляется в двухвентильный пробоотборник из нержавеющей стали согласно ГОСТ 14921-78. При отборе проб осуществляются все требования ГОСТ 14921-78, а также фильтрация раствора с помощью фильтровальной ткани, помещенной в штуцер пробоотборника, во избежание попадания в пробоотборник взвешенных примесей. Регенерированный раствор моноэтаноламина

отбирается в чистые стеклянные флакончики (колбы) с герметичными пробками.

3.3.3. Ввод пробы насыщенного раствора моноэтаноламина проводится по ГОСТ I0679-76 (п.2.4. черт.3). Ввод пробы регенерированного раствора моноэтаноламина осуществляется микрошприцем. Во избежание попадания в хроматограф механических загрязнений раствор регенерированного моноэтаноламина перед вводом пробы отфильтровывают через воронку со складчатым фильтром с фильтровальной тканью или центрифугируют.

3.4. Типовые хроматограммы

3.4.I. Типовые хроматограммы приведены на рис.I и рис.2 Сплошной линией показана характерная запись хроматографического спектра водных растворов моноэтаноламина. Штрих-пунктирной линией показаны пики не характерных примесей: воздуха и аммиака, появляющихся при анализе растворов, отобранных в пуско-наладочный период и в случае грубых нарушений технологических параметров установки.

Таблица 3

Порядок выхода компонентов, относительные газохроматографические удерживания (τ), массовые коэффициенты чувствительности по отношению к моноэтаноламину (K_i)

Наименование компонента	τ для Полихрома	τ для Полисорба	K_i
Двуокись углерода	0,00	0,00	0,66
Сероводород	0,02	0,I4	0,69
Вода	0,33	0,27	0,54
Моноэтаноламин	I,00	I,00	I,00

Примечание: В табл.3 приведены коэффициенты чувствительности, полученные разработчиком при предварительной аттестации методики. Согласно ОСТ 39-I32-8I коэффициенты чувствительности должны быть проверены на каждом хроматографе, выполняющем на ГПЗ измерения по

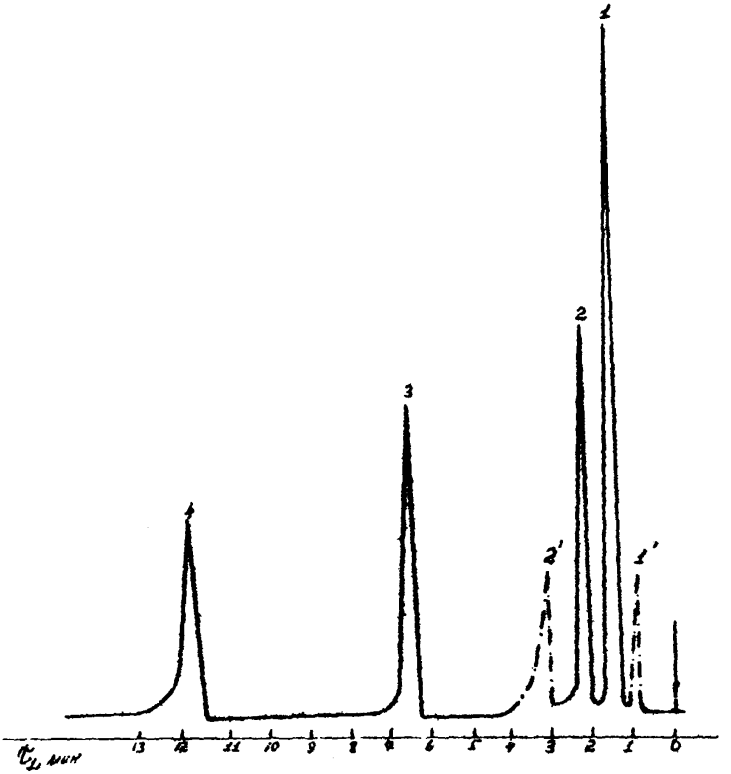


Рис. I Типовая хроматограмма разделения смеси на Полихроме-I

I. Двуокись углерода. 2. Сероводород. 3. Вода.

4. Монометиламин

I. Воздух. 2. Аммиак

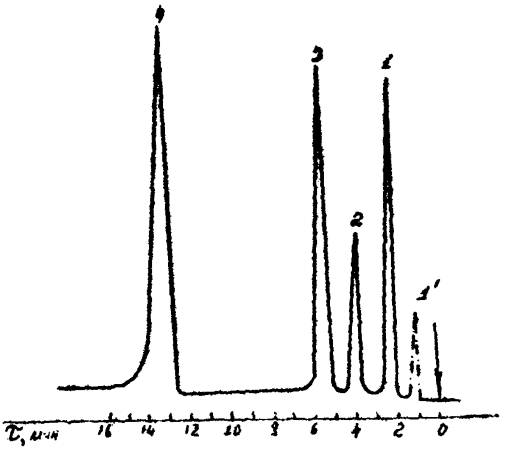


Рис. 2 Типовая хроматограмма разделения смеси на Полисорбе-I

I. Двуокись углерода. 2. Сероводород. 3. Вода.

4. Моноэтаноламин

I'. Воздух

данной методике.

Относительное газохроматографическое удерживание определяется по ГОСТ I7567-8I, пункт 35. Массовые коэффициенты чувствительности определяются по формуле 4 (п.3.5.2) настоящей методики.

3,5. Градуировка прибора и расчет состава смеси

3.5.I. Градуировку прибора осуществляют по искусственным смесям:

- моноэтаноламина с водой,
- водного раствора моноэтаноламина с двуокисью углерода,
- водного раствора моноэтаноламина с сероводородом.

Градуировочные смеси моноэтаноламина с водой готовят в чистых пенициллиновых флакончиках с мягкой пробкой, помещая в них и взвешивая с точностью до 0,0002 г. перегнанный под вакуумом моноэтаноламин и дистиллированную воду в соотношениях, указанных в таблице 4. Каждую полученную градуировочную смесь анализируют не менее 5-ти раз. Оценку погрешности приготовления смесей производят согласно МИ-2I6-80.

Таблица 4

Объемные соотношения моноэтаноламина и дистиллированной воды в искусственных градуировочных смесях

Номер смеси / Вещество	I	2	3	4	5	6	7
Моноэтаноламин	0,3мл	0,7мл	I,0мл	I,5мл	2,0мл	2,5мл	3,0мл
Вода	9,7мл	9,3мл	9,0мл	8,5мл	8,0мл	5,5мл	7,0мл

Для получения градуировочных смесей "водный раствор моноэтаноламина - двуокись углерода" или "водный раствор моноэтаноламина сероводород" в пенициллиновые флакончики (не менее 5) с мягкой пробкой помещают раствор № 7 (см.табл.4), фиксируют вес

смеси с точностью до 0,0002 г и с помощью стеклянного наконечника от пипетки, соединенного вакуумным шлангом с источником газа (аппаратом КИПА или камерой с двуокисью углерода), пропускают газ в каждый флакончик соответственно 1,2,3,4,5 минут. Скорость пропускания газа регулируют с таким расчетом, чтобы не было уноса или разбрызгивания раствора моноэтаноламина. Массу поглощенного газа определяют взвешиванием на аналитических весах, учитывая поправку на уменьшение массы водного раствора моноэтаноламина, оставшегося на наконечнике, взвешивая его до и после пропускания. Каждую полученную смесь с сероводородом анализируют немедленно, записывая не менее 5 раз. Для большей герметичности пробку на пенициллиновом пузырьке закрепляют тонкой медной проволокой. Смеси с двуокисью углерода могут храниться в эксикаторе до 2-х суток.

Сероводород в небольших количествах получают в аппарате для получения газа (КИПа) смешением 1 *N* раствора соляной кислоты с равным объемом 1 *N* раствора сульфида натрия. Получение сероводорода, насыщение сероводородом водных растворов моноэтаноламина производят в вытяжном шкафу при включенной вентиляционной системе. Полученный сероводород и двуокись углерода предварительно анализируют на хроматографе для определения их чистоты.

3.5.2. Расчет хроматограмм допускается двумя методами: методом абсолютной градуировки и методом внутренней нормализации в зависимости от наличия в растворах неидентифицированных примесей. В случае анализа загрязненных водных растворов моноэтаноламина расчет хроматограмм осуществляется методом абсолютной градуировки в линейном диапазоне детектора.

Составляют таблицы данных (таблица 5) для построения градуировочных графиков по каждому компоненту для каждой анализируемой смеси.

Таблица данных для построения градуировочных графиков

Таблица 5

Общая масса смеси, m см,г	Масса определяемого компонента, m_i ,г	Массовая доля определяемого компонента c_i%	Значение площади пика определяемого компонента мм^2					Среднее значение S_i ср,мм^2
			I	2	3	4	5	

Градуировочные графики строятся в системе координат на миллиметровой бумаге в выбранном масштабе, где по оси абсцисс откладывается массовая доля компонента в смеси, а по оси ординат - соответствующее средне-арифметическое значение площади пика компонента.

Полученные точки должны апроксимироваться прямой линией, выходящей из начала координат. При получении нелинейного графика градуировку проводят заново.

Допускается расчет хроматограмм с помощью градуировочного коэффициента (K_{c_i}).

$$K_{c_i} = \frac{c_i}{S_i ср.} \quad , \qquad (I)$$

где c_i - массовая доля искомого компонента, %,

S_iср.-среднее значение площади пика компонента, мм^2.

При правильной градуировке прибора градуировочный коэффициент K_{c_i} для каждого компонента должен быть постоянным при любой концентрации компонента в смеси.

Массовая доля каждого компонента в водных растворах моноэтаноламина методом абсолютной градуировки определяется по графику или по формуле

$$C_i = K_{c_i} \cdot S_i \ , \qquad (2)$$

Массовая доля каждого компонента методом внутренней нормализации определяется по формуле

$$C_i = \frac{S_i \cdot K_i \cdot (100 - \delta)}{\Sigma} \qquad (3)$$

где: δ – массовая доля смол в р-ре, %,

S_i – площади пика определяемого компонента, мм^2 (условных единицах),

ΣS_i – сумма площадей пиков всех компонентов в анализируемой смеси, мм^2 (условных единицах),

K_i – массовый коэффициент чувствительности данного компонента по отношению к стандарту (моноэтаноламину), определяемый по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{ст.}}{m_{ст.} \cdot S_i} \qquad (4)$$

где m_i – масса определяемого компонента в градуировочной смеси, г,

$m_{ст.}$ – масса моноэтаноламина (стандарта) в градуировочной смеси, г,

$S_{ст.}$ и S_i – соответственно площади пиков моноэтаноламина (стандарта) и определяемого компонента в мм^2 (условных единицах).

Площади пиков ручным способом рассчитываются по формуле

$$S = h \cdot a \cdot B \cdot m. \qquad (5)$$

где: h – высота, мм,

a – ширина пика, замеренная с помощью лупы на половине высоты, мм,

B – масштаб регистратора,

m – коэффициент, учитывающий разницу движения диаграммной ленты.

3.5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Повторяемость (сходимость) между результатами параллельных определений, полученными одним исполнителем, использующим одну и ту же аппаратуру, при уровне доверительной вероятности 95% не должна превышать значений, указанных в таблице 6.

Воспроизводимость - допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы, полученными в разных лабораториях, не должны превышать значений, указанных в таблице 6.

Повторяемость и воспроизводимость результатов анализа водных растворов моноэтаноламина

Таблица 6

Наименование компонента	Массовая доля,	Допускаемые расхождения, массовая доля,%	
		Сходимость	Воспроизводим.
I	2	3	4
Двуокись углерода	0,0I + 0,5	0,0I	0,02
	0,5 + 2,0	0,03	0,II
	2,0 + I0	0,33	0,52
	I0 + 40	0,52	0,73
Сероводород	0,0I + 0,5	0,0I	0,02
	0,5 + 2,0	0,05	0,70
	2,0 + I0	0,43	0,59
	I0 + 40	0,58	0,67
Вода	50 + I00	0,9I	I,2
Моноэтаноламин	3 + I0	0,60	0,73
	I0 + 40	0,70	0,86

3.6. Периодический контроль правильности выполнения измерений.

3.6.I. При периодической проверке правильности выполнения анализа определяется эффективность хроматографической колонки согласно п.3.2.7. Периодичность контроля I раз в месяц. Колонка должна обеспечивать стабильность в полном разделении пиков компонентов хроматографического спектра.

Один раз в полгода проводят контроль стабильности градуировочных коэффициентов. Для проверки стабильности градуировочных коэффициентов K_{ci} и коэффициентов чувствительности K_i (см. п.3.5.2, формулы I и 4) готовят по п.3.5.I три градуировочных смеси: смесь № 7 (см.табл.4) и по одной смеси с сероводородом и двуокисью углерода. Осуществляют запись каждой смеси не менее I0 раз и по формулам I и 4 рассчитывают полученные K_i и K_{ci}, присваивая им индексы K_i пр. и K_{ci} пр. Полученные значения коэффициентов должны удовлетворять условиям

$$A = \frac{(K_i\text{пр.} - K_i)}{K_i} \leq 2\delta K \quad , \qquad (6)$$

$$A = \frac{(K_{ci}\text{ пр.} - K_{ci})}{K_{ci}} \leq 2\delta K_{ci} \quad , \qquad (7)$$

где: K_i и K_{ci} – коэффициенты чувствительности и градуировочные коэффициенты, полученные при аттестации методики,

K_i пр. и K_{ci} пр. – соответственно коэффициенты, полученные при периодической проверке,

δK_i и δK_{ci} – погрешности определения коэффициентов, установленные согласно МИ-I37-77, п.6.2.

3.7 Требования к квалификации операторов

3.7.I. Измерения состава водных растворов насыщенного и регенерированного моноэтаноламина должны проводиться специали-

том с квалификацией не ниже лаборанта 4-го разряда.

3.7.2 Обслуживание прибора должно осуществляться сотрудником с квалификацией не ниже техника КИПиА.

3.8. Требования к технике безопасности

3.8.1. При работе на хроматографах должны быть выполнены требования следующих действующих документов: "Технического описания и инструкции по эксплуатации" применяемого прибора, "Правил по технике безопасности при эксплуатации и хранении баллонов со сжатыми и сжиженными газами" и "Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок". Помещение лаборатории должно быть оборудовано вытяжным шкафом, приточно-вытяжной вентиляцией. Лица, проводящие хроматографические измерения, должны быть обеспечены индивидуальными средствами защиты: очками, хирургическими перчатками, клеенчатыми фартуками, противогазами с тщательно подобранной маской и соответствующей поглотительной коробкой. Каждый работающий должен быть ознакомлен с правилами работы с токсичными, вредными веществами и владеть приемами оказания I-ой помощи пострадавшим.

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМОЛИСТЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ МОНОЭТАНОЛАМИНА

4.1. Подготовка к испытанию

Фарфоровый тигель низкой формы прокаливают в муфельной печи при 800°С в течение часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. Тигель доводят до постоянной массы.

4.2. Проведение испытания

4.2.1. В фарфоровый тигель, доведенный до постоянной массы, отмеряют 20 мл рабочего водного раствора моноэтаноламина.

4.2.2. Содержимое тигля выпаривают на песочной бане до объема 1.0 - 1,5 мл в вытяжном шкафу.

4.2.3. Тигель со смолами помещают в сушильный шкаф, выдерживают 4 часа при I80°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. Проведение испытаний на содержание смол провести два раза.

4.2.4. Аналогичную процедуру проводят с водным раствором моноэтаноламина такой же концентрации (приготовленного по п. 3.5.I).

4.5. Обработка результатов

Содержание смол в водном растворе моноэтаноламина в граммах на литр вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2 - m_3)1000}{20}, \qquad (8)$$

где m_1 – масса тиг ля со смолами, г.,

m_2 – масса пустого тиг ля, г,

m_3 – поправка на холостое определение по п.4.2.4,г,

20 – объем анализируемого раствора, мл.

Разница между двумя параллельными определениями не должна превышать 0,26 г/л.

ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ, ВХОДЯЩИХ В РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

I. ГОСТ 2431З–80 ГСИ. Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Основные параметры, технические требования, методы испытаний.

2. ГОСТ 8.485–83. ГСИ. Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Методы и средства проверки.

3. ГОСТ I7567–8I. Хроматография газовая. Термины и определения.

4. ГОСТ I492I–78. Газы углеводородные сжиженные. Методы отбора проб.

5. ГОСТ I0679–76. Газы углеводородные сжиженные. Метод определения углеводородного состава.

6. МИ–I37–77. Методика по нормированию метрологических характеристик, градуировке, поверке хроматографических приборов универсального назначения и оценке точности результатов хроматографических измерений.

7. ГОСТ 8.0I0–72. ГСИ. Общие требования к стандартизации и аттестации методик выполнения измерений.

8. ГОСТ 8.326–78. ГСИ. Метрологическое обеспечение разработки, изготовления и эксплуатации нестандартизированных средств измерений.

9. ОСТ 39–I32–8I. Организация и порядок проведения ведомственной метрологической аттестации хроматографических измерений.

I0. МИ–2I6–80. ГСИ. Методика метрологической аттестации градуировочных смесей для хроматографии, приготовленных на основе стандартных образцов состава исходных веществ.

II. ГОСТ 22985–78. Газы углеводородные сжиженные. Метод определения сероводородной и меркаптановой серы.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. РД 39-3-569-81 "Методы разработки норм расхода моноэтаноламина при очистке нефтяного газа", ВНИИНГ, М., 1981.
2. Очистка технологических газов. Под. редакцией Семеновой Т.А., Лейтеса И.Л. М., Химия, 1977, 488 с.
3. Язвикова Н.В. Кандидатская диссертация. М., ГИАП, 1972.

МА 02681 18.10.85 г. Заказ № 1042. Тираж 150 экз. Объем 1,25 п. л.

я крайисполкома, г. Краснодар, ул. Красная, 35.

gost.e-ecolog.ru