ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ГАЗЫ ГОРЮЧИЕ ПРИРОДНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРОВОДОРОДА И МЕРКАПТАНОВОЙ СЕРЫ

ГОСТ 17556—81

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.76 : 543.06 : 006.354 Группа Б19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГАЗЫ ГОРЮЧИЕ ПРИРОДНЫЕ

Методы определения сероводорода и меркаптановой серы

Combustible natural gases
Methods of test for hydrogen sulphide and sulfur mercaptan

ГОСТ 17556—81

Взамен ГОСТ 17556—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1981 г. № 366 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.01. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения сероводорода и меркаптановой серы в газах.

Метод заключается в поглощении сероводорода из газа раствором подкисленного хлористого кадмия и меркаптанов — раствором щелочного хлористого кадмия с последующим йодометрическим определением образовавшихся сульфида и меркаптида кадмия в поглотительных растворах. Чувствительность метода 0,001 г/м^3.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРОВОДОРОДА ПРИ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕ БОЛЕЕ 6 г/м^3 И МЕРКАПТАНОВОЙ СЕРЫ

1.1. Аппаратура и реактивы

Склянки поглотительные по ГОСТ 10378—73 с распылителями на капиллярной трубке, вместимостью 200 мл.

Колбы конические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 250 мл.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 мл.

Пипетки мерные, вместимостью 10 мл.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74:
цилиндры мерные, вместимостью 10, 25, 100, 1000 мл;
колба мерная, вместимостью 1000 мл.

Счетчик газовый барабанный типа ГСБ-400.

Барометр-анероид.

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1981

РАЗРАБОТАН Министерством газовой промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. И. Гриценко, А. К. Карпов, Л. Н. Зайцева, Г. С. Павлова, В. П. Булычев

ВНЕСЕН Министерством газовой промышленности

Зам. министра **В. А. Динков**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1981 г. № 366

Термометр стеклянный лабораторный по ГОСТ 215—73, со шкалой от 0 до 50°С, с ценой деления 0,1°С.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., растворы 0,1 н. и 1 : 1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор.

Йод, 0,1 и 0,01 н. растворы.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), 0,1 и 0,01 н. растворы.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

1.2. Отбор проб

1.2.1. Пробу газа на испытание отбирают непосредственно из газопровода, скважины, аппарата или другого источника пропусканием его через поглотительные склянки. Измеряют количество пропущенного газа.

1.2.2. Пробоотборные линии должны быть из коррозионностойкого материала. Применяют стальные, алюминиевые, кварцевые или стеклянные трубки, которые присоединяют одним концом встык к поглотительным склянкам, другим — к пробоотборному вентилю (редуктору), установленному в месте отбора пробы. Место отбора проб для испытания в зимних условиях должно быть утепленным.

1.2.3. Пробы газа из скважины отбирают через пробоотборный вентиль, установленный в штуцере, расположенном на выкидной линии фонтанной арматуры или на головке скважины; из газопровода — через штуцер, установленный в верхней части горизонтального участка газопровода; из аппаратов — через штуцер, установленный в верхней части горизонтального или на боковой части вертикального участка входного или выходного трубопровода.

1.2.4. Перед отбором пробы пробоотборные линии должны быть продуты испытуемым газом.

1.3. Подготовка к испытанию

1.3.1. В четыре поглотительные склянки заливают по 50 см^3 10%-ного раствора хлористого кадмия. В две первые склянки, предназначенные для поглощения сероводорода, добавляют по 15 см^3 0,1 н. раствора соляной кислоты, в две другие (для поглощения меркаптанов) — по 15 см^3 0,1 н. раствора гидроокиси натрия. Склянки соединяют последовательно встык резиновыми или полиэтиленовыми муфтами. Входную трубку первой склянки с подкисленным раствором хлористого кадмия присоединяют встык к источнику испытуемого газа, а выходную трубку четвертой по-

глотительной склянки со щелочным раствором хлористого кадмия присоединяют к газовому счетчику. Собранную схему проверяют на герметичность.

1.4. Проведение испытания

1.4.1. Пробоотборную линию продувают газом через тройник, установленный перед входом в поглотительные склянки. Поток газа регулируют со скоростью не более 20 дм³/ч и направляют через поглотительные склянки, следя за тем, чтобы поглотительный раствор во второй склянке оставался прозрачным.

Регистрируют температуру и барометрическое давление и измеряют объем пропущенного газа газовым счетчиком.

1.4.2. Объем пропускаемого газа и нормальность растворов йода и тиосульфата натрия зависят от содержания в нем сероводорода, меркаптанов и приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Концентрация сероводорода, г/м³	Нормальность растворов йода и тиосульфата натрия	Объем пробы газа для испытания, дм³
От 0 до 0,01	0,01	Свыше 100
Св. 0,01 „ 0,1	0,01	От 100 до 10
„ 0,1 „ 0,25	0,01	„ 10 „ 5
„ 0,25 „ 0,5	0,1	„ 20 „ 10
„ 0,5 „ 2,0	0,1	„ 10 „ 5
„ 2,0 „ 4,0	0,1	„ 5 „ 2,5
„ 4,0 „ 6,0	0,1	„ 2,5 „ 1,5

Таблица 2

Концентрация меркаптановой серы, г/м³	Нормальность растворов йода и тиосульфата натрия	Объем пробы газа для испытания, дм³
От 0 до 0,05	0,01	Свыше 30
Св. 0,05 „ 0,1	0,01	От 30 до 15
„ 0,1 „ 0,2	0,01	„ 15 „ 10
„ 0,2 „ 0,5	0,01	„ 10 „ 5
„ 0,5 „ 1,0	0,1	„ 20 „ 10
Св. 1,0	0,1	До 10

1.4.3. После окончания пропускания газа поглотительные склянки отсоединяют от пробоотборной линии и счетчика, закрывают заглушками и переносят для испытания.

1.4.4. *Определение сероводорода*

1.4.4.1. Содержимое первой поглотительной склянки переносят в коническую колбу, тщательно обмывают стенки склянки дистил-

лированной водой, сливая ее в ту же колбу. В колбу пипеткой приливают 10 см³ раствора йода и, убедившись в избытке йода по бурой окраске раствора, титруют избыток йода раствором тиосульфата натрия до светло-желтого цвета, приливают 1 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Вторая поглотительная склянка является контрольной. При обнаружении в ней сероводорода опыт следует повторить.

1.4.4.2. Аналогично проводят титрование подкисленного поглотительного раствора хлористого кадмия без пропускания газа.

1.4.5. *Определение меркаптановой серы*

1.4.5.1. Меркаптановую серу определяют аналогично п. 1.4.4.1, но дополнительно добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1) после добавления 10 см³ йода. При обнаружении меркаптановой серы в четвертой контрольной поглотительной склянке опыт следует повторить.

1.4.5.2. Аналогично проводят титрование щелочного поглотительного раствора хлористого кадмия без пропускания газа, как указано в п. 1.4.5.1.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Объемную долю сероводорода в испытуемом газе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot н \cdot 11{,}88 \cdot 100}{V \cdot 1000}.$$

1.5.2. Концентрацию сероводорода (X_1) в г/м³ вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot н \cdot 0{,}017 \cdot 1000}{V}.$$

1.5.3. Концентрацию меркаптановой серы (X_2) в г/м³ вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot н \cdot 0{,}032 \cdot 1000}{V},$$

где V — объем испытуемого газа, измеренный по счетчику и приведенный к 20°С и 101325 Па (760 мм рт. ст.), дм³;

V_1 — объем точно 0,1 или 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора без пропускания газа, см³;

V_2 — объем точно 0,1 или 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора после пропускания испытуемого газа, см³;

н — нормальность раствора тиосульфата натрия;

11,88 — объем сероводорода, эквивалентный 1 см³ точно 1 н. раствора тиосульфата натрия, см³;

0,017 — количество сероводорода, эквивалентное 1 см³ точно 1 н. раствора тиосульфата натрия, г;

0,032 — количество меркаптановой серы, эквивалентное 1 см³ точно 1 н. раствора тиосульфата натрия, г.

1.5.4. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Концентрация компонента, г/м³	Допускаемые расхождения, г/м³
До 0,005	0,001
Св. 0,005 до 0,01	0,002
„ 0,01 „ 0,02	0,003
„ 0,02 „ 0,05	0,004
„ 0,05 „ 0,10	0,008
„ 0,10 „ 0,2	0,015
„ 0,2 „ 0,5	0,030
„ 0,5 „ 2,0	0,1
„ 2,0 „ 6,0	0,3

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРОВОДОРОДА ПРИ КОНЦЕНТРАЦИИ БОЛЕЕ 6 г/м³ И МЕРКАПТАНОВОЙ СЕРЫ

2.1. Определение сероводорода при его концентрации в газе более 6 г/м³ проводят или путем отбора испытуемого газа в стеклянные газовые пипетки с последующим применением вытеснительного газа, или пропусканием газа из источника непосредственно через поглотительные склянки с измерением остаточного объема газа градуированной пипеткой.

2.2. Определение сероводорода путем отбора проб в газовые пипетки с применением вытеснительного газа

2.2.1. *Аппаратура и реактивы*

Аппаратура и реактивы указаны в п. 1.1, за исключением гидроокиси натрия, 0,01 н. растворов йода и тиосульфата натрия.

Дополнительно применяют:

пипетки стеклянные газовые по ГОСТ 18954—73 для отбора проб газа, вместимостью 50, 100, 200, 500 и 1000 см³;

азот газообразный по ГОСТ 9293—74 (вытеснительный газ).

2.2.2. *Отбор проб*

2.2.2.1. Пробы газа отбирают в сухие, тарированные по объему, стеклянные газовые пипетки, продутые испытуемым газом.

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

Таблица 4

Концентрация сероводорода, г/м³	Объем пробы на испытание, см³
От 6 до 10	Свыше 1000
Св. 10 „ 15	От 1000 до 500
„ 15 „ 20	„ 500 „ 200
„ 20 „ 40	„ 200 „ 100
„ 40 „ 80	„ 100 „ 50
Более 80	До 50

2.2.2.3. Пипетку с открытыми кранами присоединяют к выходному концу предварительно продутой пробоотборной линии (пп. 1.2.2—1.2.4).

2.2.2.4. Для отбора пробы пипетку продувают испытуемым газом в течение 3—5 мин так, чтобы количество газа, пропущенного через пипетку, было не менее ее 10—15-кратного объема. Закрывают выходной, а затем быстро входной краны пипетки, но так, чтобы давление в пипетке было несколько выше атмосферного, и отсоединяют пипетку от пробоотборной линии. Следует принять меры, предупреждающие возможность разрушения пипетки от избыточного давления.

Для испытания отбирают две пробы.

2.2.3. *Подготовка к испытанию*

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

Пипетку с пробой газа закрепляют в вертикальном положении. Нижний отвод присоединяют к линии подачи вытеснительного газа (азота или другого инертного газа).

2.2.3.2. В две поглотительные склянки заливают по 50 см³ 10%-ного раствора хлористого кадмия, добавляют по 15 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты и склянки соединяют встык резиновыми муфтами. Первую склянку присоединяют к верхнему отводу

пипетки с пробой газа, к выходной трубке второй поглотительной склянки присоединяют газовый счетчик.

При концентрациях сероводорода более 80 г/м³ количество поглотительных склянок выбирают так, чтобы поглотительный раствор в последней склянке оставался прозрачным.

2.2.4. *Проведение испытания*

2.2.4.1. Пробу газа из пипетки продувают 10—15-кратным объемом вытеснительного газа через поглотительные склянки. В начале продувки скорость газа устанавливают 1—2 пузырька в секунду. Когда основная часть газа будет вытеснена в раствор, скорость потока постепенно увеличивают до 20 дм³/ч. Объем вытеснительного газа контролируют газовым счетчиком на выходе из поглотительной склянки.

2.2.4.2. Сероводород определяют по п. 1.4.4, но применяют 0,1 н. растворы йода и тиосульфата натрия.

2.2.5. *Обработка результатов*

Обработка результатов — по пп. 1.5.1; 1.5.2, принимая в формулах за V — объем испытуемого газа, равный объему газовой пипетки и приведенный к 20°С и 101325 Па (760 мм рт. ст.).

2.2.6. Меркаптановую серу определяют по п. 1.4.5 из предварительно очищенного от сероводорода газа 30%-ным подкисленным раствором хлористого кадмия.

2.3. Определение сероводорода без применения вытеснительного газа

2.3.1. При отсутствии вытеснительного газа определение сероводорода производят непосредственно из источника испытуемого газа пропусканием через поглотительные склянки с измерением остаточного объема газа градуированной пипеткой.

2.3.2. В две поглотительные склянки заливают по 50 см³ 10%-ного раствора хлористого кадмия, добавляют по 15 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты и склянки соединяют встык резиновыми муфтами. Первую склянку присоединяют к источнику испытуемого газа, к выходной трубке второй поглотительной склянки присоединяют градуированную стеклянную газовую пипетку с уравнительной склянкой, полностью заполненными для приема газа насыщенным раствором хлористого натрия или водой.

2.3.3. Испытуемый газ пропускают через поглотительные склянки со скоростью 1—2 пузырька в секунду. Давление в газовой пипетке поддерживают на уровне атмосферного уравнительной склянкой.

2.3.4. Объем испытуемого газа должен соответствовать указанному в табл. 4.

2.3.5. Сероводород определяют по п. 2.2.4.2.

2.3.6. Объемную долю сероводорода в испытуемом газе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot н \cdot 11{,}88 \cdot 100}{V + (V_1 - V_2) \cdot н \cdot 11{,}88},$$

где V — объем испытуемого газа, измеренный градуированной газовой пипеткой и приведенный к 20°С и 101325 Па (760 мм рт. ст.), см³.

2.3.7. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Концентрация сероводорода, г/м³	Допускаемые расхождения, г/м³
От 6 до 10	0,4
Св. 10 „ 20	1,0
„ 20 „ 40	2,0
„ 40 „ 80	3,0

Для пересчета сероводорода из объемной доли в массовую долю (для 20°С и 760 мм рт. ст.) применяют формулу

$$B = C \cdot 14{,}34,$$

где B — массовая доля сероводорода в испытуемом газе, г/м³;
C — объемная доля сероводорода в испытуемом газе, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух наиболее близких по значению определений.

Примечание. Допускается определять сероводород на всех уровнях его концентрации в газах, не содержащих меркаптановую серу, поглощением его 3%-ным раствором уксуснокислого кадмия (30 г уксуснокислого кадмия по ГОСТ 5824—79 растворяют в 1 см³ дистиллированной воды, подкисляют 20 см³ концентрированный уксусной кислоты по ГОСТ 61—75).

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

gost.e-ecolog.ru

11.02.81 Подп. к печ. 06.03.81 0,75 п. л. 0,53 уч. изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 234