Группа Б19

**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**

# ГАЗЫ ГОРЮЧИЕ ПРИРОДНЫЕ

## Метод определения ртути

**ГОСТ 28726—90**

Combustible natural gases.
Method for determination of mercury

МКС 75.060
ОКСТУ 0209

**Дата введения 01.01.92**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания ртути от 0,002 до 10,0 мг/м$^3$ в природных газах, объемная доля сероводорода в которых менее 0,01 %.

Метод заключается в абсорбции ртути из газа сернокислотным раствором марганцовокислого калия, восстановлении ионов ртути раствором хлорида олова (II) до элементарной ртути и отдувом ее из раствора потоком воздуха (азота) в газовую кювету атомно-абсорбционного спектрометра и измерении поглощения резонансной линии ртути с регистрацией пика на самописце.

## 1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы природного газа отбирают по ГОСТ 18917 непосредственно из газопровода, скважины, аппарата или другой емкости по пробоотборной линии через запорный вентиль в поглотительные склянки (без промежуточного отбора проб).

1.2. Соединения мест отбора газа с поглотительными склянками должны быть как можно короче и выполнены из нержавеющей стали.

1.3. Пробоотборные линии должны быть теплоизолированными или обогреваемыми.

Не допускается применять пробоотборные линии из металлов и сплавов, образующих амальгаму (медь, латунь, алюминий).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрометр беспламенный атомно-абсорбционный, обеспечивающий измерения при длине волны 253,7 нм.

Прибор, регистрирующий запись измерительного сигнала.

Весы аналитические не ниже 2-го класса точности.

Весы лабораторные технические типа ВЛТ-1.

Счетчик газовый типа ГСБ-400 для измерения объема газового потока до 200 м$^3$/ч.

Ротаметр с диапазоном измерения 10—200 дм$^3$/ч.

Барометр-анероид типа БАММ.

Термометр ртутный со шкалой от 0 °С до 50 °С и ценой деления шкалы 0,1 °С.

Микрокомпрессор лабораторный типа ВК-1, МК-Л2 или другого типа.

Две склянки для промывания газа типа СН-1—100 по ГОСТ 25336 или аналогичного типа.

Склянка для очистки газа (воздуха) вместимостью 100 см$^3$, заполненная активированным углем.

Склянка для очистки газа (воздуха) вместимостью 100 см$^3$, заполненная стеклянной ватой.

Колбы мерные вместимостью 100, 500, 1000 см$^3$, исполнения 2 или 4 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см$^3$, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные вместимостью 1, 5, 10, 100 см$^3$ по ГОСТ 29227.

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



gost.e-ecolog.ru

Бюретка мерная вместимостью 25 $см^3$, исполнения 1 по ГОСТ 29251.

Груши резиновые.

Трубки соединительные из нержавеющей стали для байпаса и потока пробы газа диаметром 4—6 мм.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч., раствор с массовой долей 4 %.

40 г марганцовокислого калия растворяют в бидистиллированной воде, объем раствора доводят до 1000 $см^3$, отстаивают 48 ч и декантируют раствор из выделенного диоксида марганца. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. ($\rho$ = 1,84 г/$см^3$), раствор 1:1. При приготовлении раствора концентрированную серную кислоту осторожно приливают к бидистиллированной воде.

Абсорбционный раствор. Смешивают 4 объема раствора марганцовокислого калия с 1 объемом раствора серной кислоты.

Олова (II) хлорид (двухлористое) по ТУ 6.09.5393, ч. д. а., раствор с массовой долей 2 %. Для приготовления раствора 10 г хлорида олова (II) растворяют в 100 $см^3$ концентрированной соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ и доводят бидистиллированной водой до метки. Для удаления примесей ртути раствор в течение 1 ч продувают азотом или воздухом, очищенными от ртути. При хранении раствора в него добавляют немного оловянной фольги для предотвращения окисления хлорида олова.

Фольга оловянная по ГОСТ 18394.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч. д. а., раствор с массовой долей 1 %.

10 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в бидистиллированной воде и объем раствора доводят до 100 $см^3$.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Вода дистиллированная — бидистиллят.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. ($\rho$ = 1,19 г/$см^3$), концентрированная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч. ($\rho$ = 1,40 г/$см^3$), концентрированная.

Царская водка (очищающий раствор). Смешивают 3 объема концентрированной соляной кислоты с 1 объемом концентрированной азотной кислоты.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ртуть (II) хлорид, ч. д. а.

Контрольные растворы ртути:

- раствор А концентрации 1 мг/$см^3$:

Растворяют 676,7 мг хлорида ртути (II) в 500 $см^3$ бидистиллированной воды в мерной колбе. (Для повышения стойкости раствора в него добавляют двухромовокислый калий так, чтобы его концентрация в растворе составляла не более 0,5 г/$дм^3$). Раствор хранят не более 3 мес.

Для приготовления контрольного раствора ртути допускается использовать нитрат ртути (II).

- раствор В концентрации 10 мкг/$см^3$:

10 $см^3$ раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор хранят не более 2 недель.

- раствор С концентрации 1 мкг/$см^3$:

10 $см^3$ раствора В переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой. Раствор готовят ежедневно.

При работе с солями ртути необходимо строго соблюдать меры предосторожности, они ядовиты.

Уголь активированный.

Азот газообразный чистый по ГОСТ 9293.

Вата стеклянная по ГОСТ 10727.

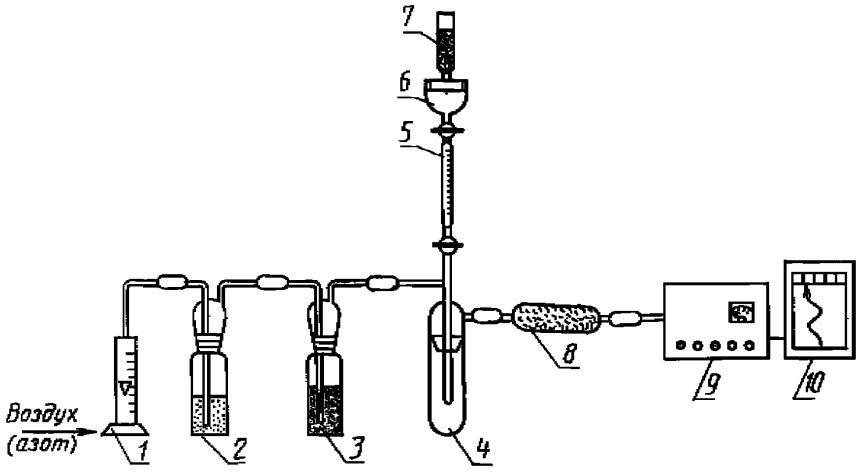
Трубки хлорвиниловые.

Примечание. Все реактивы должны быть чистыми с возможно низким содержанием ртути.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

### 3.1. Подготовка установки

3.1.1. Установку для определения ртути в абсорбционном растворе собирают по схеме, представленной на чертеже.




*1* — ротаметр; *2* — склянка для очистки воздуха (азота) с активированным углем; *3* — склянка для очистки воздуха со стеклянной ватой; *4* — реакционный сосуд; *5* — мерная бюретка; *6* — воронка; *7* — хлоркальциевая трубка, заполненная активированным углем; *8* — трубка со стеклянной ватой; *9* — атомно-абсорбционный спектрометр; *10* — регистрирующий прибор

3.1.2. Всю стеклянную посуду и стеклянные соединения тщательно промывают царской водкой.

3.1.3. Для очистки и осушки пробоотборных трубок и кранов от смазки и других загрязнений используют этиловый спирт. Не допускается применять ацетон.

3.1.4. Для сборки установки используют хлорвиниловые трубки.

3.1.5. Склянки (*2, 3*) заполняют соответственно активированным углем и стеклянной ватой для очистки воздуха (азота) от примесей ртути.

3.1.6. Подготавливают к работе спектрометр в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

3.1.7. Всю систему в течение 5—10 мин продувают воздухом (азотом) при постоянной скорости, не превышающей 100 дм$^3$/ч.

**3.2. Градуировка прибора**

3.2.1. Градуируют прибор на той же установке.

3.2.2. Воронку заполняют раствором хлорида олова (II).

3.2.3. В мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ вводят соответственно 1, 3, 5, 8, 10 см$^3$ контрольного раствора ртути (С) (1 см$^3$ = 1 мкг Hg) и доводят бидистиллированной водой до метки.

3.2.4. Для определения ртути в каждом образце из колбы отбирают пипеткой 10 см$^3$ раствора и переносят в реакционный сосуд.

Контрольные образцы измеряют последовательно по мере уменьшения содержания ртути.

3.2.5. Устанавливают поток воздуха (азота) с постоянной скоростью, не превышающей 100 дм$^3$/ч, и из мерной бюретки вводят 5 см$^3$ раствора хлорида олова (II) в реакционный сосуд. Отдувают образующуюся элементарную ртуть в газовую кювету атомно-абсорбционного спектрометра.

3.2.6. На регистрирующем приборе измеряют высоты (площади) пиков, соответствующие каждому контрольному образцу.

После измерений пика каждого образца (повторяют 2—3 раза) систему продувают в течение 5—10 мин воздухом (азотом) через сухой реакционный сосуд.

3.2.7. Измеренные высоты (площади) пиков наносят на градуировочный график, соотнося их с абсолютными значениями массы ртути в 10 см$^3$ раствора контрольного образца. Градуировочную кривую на графике продлевают до нулевой точки.

3.2.8. При применении новых растворов градуировочную кривую строят заново.

Градуировочную кривую проверяют ежедневно минимум по двум контрольным образцам.

**3.3. Абсорбция ртути из анализируемого газа**

3.3.1. В две поглотительные склянки заливают по 40 см$^3$ абсорбционного раствора и последовательно соединяют встык полиэтиленовыми муфтами. Выходную трубку второго поглотительного сосу-

да присоединяют к ротаметру и газовому счетчику. Входную трубку первого сосуда через вентиль присоединяют к пробоотборной линии низкого давления.

3.3.2. Пробоотборную линию продувают анализируемым газом через байпасный отвод (тройник), установленный перед входным вентилем в поглотительные сосуды.

3.3.3. Регулируя вентилем, расположенным после байпаса, устанавливают поток анализируемого газа через поглотительные склянки со скоростью 40—100 дм$^3$/ч.

3.3.4. Объем пропускаемого газа ориентировочно должен соответствовать указанному в табл. 1.

Таблица 1

| Предполагаемая концентрация ртути в газе, мг/м$^3$ | Объем пропускаемого газа, дм$^3$ | Аликвотная часть абсорбционного раствора, см$^3$ |
|---|---|---|
| До 0,1 | 100 | 10 |
| Св. 0,1 до 1,0 | 20 | 5 |
| » 0,1 » 10,0 | 10 | 1 |

3.3.5. После пропускания необходимого количества анализируемого газа фиксируют его объем, температуру газа в газовом счетчике и барометрическое давление.

3.3.6. Поглотительные склянки отсоединяют от пробоотборной линии и растворы количественно переносят в колбы с притертыми пробками, смывая бидистиллированной водой. Раствор для дальнейшего определения ртути допускается использовать в течение 1 мес.

Вторая поглотительная склянка является контрольной на проскок ртути и анализируется отдельно.

3.3.7. Если в процессе абсорбции поглотительный раствор в первой склянке теряет фиолетовую окраску, то испытание повторяют, пропуская меньшие объемы газа.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Восстанавливают избыток марганцовокислого калия в абсорбционном растворе после пропуска газа до полного обесцвечивания раствором гидроксиламина гидрохлорида. Раствор гидроксиламина (около 10 см$^3$) добавляют по каплям так, чтобы избежать разогревания раствора.

Затем абсорбционный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой.

4.2. Из мерной колбы отбирают 10 см$^3$ раствора или другую аликвотную часть в соответствии с табл. 1 и переносят в реакционный сосуд для дальнейшего измерения ртути на спектрометре.

Общий объем раствора на измерение должен быть постоянным, поэтому, если берут аликвоту менее 10 см$^3$, его доводят до 10 см$^3$ бидистиллированной водой.

4.3. При вышедшем на режим приборе и установленной постоянной скорости потока воздуха (азота), не превышающей 100 дм$^3$/ч, в реакционный сосуд приливают 5 см$^3$ раствора хлорида олова (II), быстро открывая и закрывая кран у бюретки.

4.4. На регистрирующем приборе измеряют значение пика и по градуировочному графику определяют массу ртути в аликвотной части абсорбционного раствора.

4.5. Количество ртути в анализируемой пробе необходимо измерять при тех же условиях, как при измерении ртути в контрольном образце.

4.6. Поправку на чистоту реактивов (на примеси ртути) определяют аналогично описанному выше, исключая пропускание газа через абсорбционный раствор, и при тех же условиях.

Поправку определяют не реже одного раза в неделю, а также при замене растворов.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Концентрацию ртути ($C_{Hg}$) в газе при 20 °С и 101,325 кПа, мг/м$^3$, вычисляют по формуле

$$C_{Hg} = \frac{10 \cdot \left[\frac{m \cdot 10}{a} - m_b\right]}{V},$$

где $m$ — масса ртути, найденная по градуировочному графику, в аликвотной части абсорбционного раствора, мкг;

$m_b$ — масса ртути, найденная по градуировочному графику, при определении поправки на чистоту реактива, мкг;

$a$ — аликвотная часть абсорбционного раствора, взятая на измерение, см$^3$;

$V$ — объем газа, пропускаемого через абсорбционный раствор, приведенный к стандартным условиям (20 °С и 101,325 кПа), дм$^3$. Объем газа вычисляют по формуле

$$V = V' \cdot \frac{293{,}15}{(273{,}15 + t)} \cdot \frac{P_б}{101{,}325},$$

где $V'$ — объем газа, измеренный по газовому счетчику, дм$^3$;

$t$ — температура газа в газовом счетчике, °С;

$P_б$ — барометрическое давление, кПа.

## 6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

### 6.1. Сходимость

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Концентрация ртути в газе, мг/м$^3$ | Сходимость метода, % |
|---|---|
| От 0,002 до 0,020 | 20 |
| Св. 0,020 » 0,100 | 8 |
| Св. 0,1 | 5 |

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух определений.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным газовым концерном «Газпром»**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 01.11.90 № 2792**

**3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6751—89**

**4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела |
|---|---|
| ГОСТ 1770—74 | Разд. 2 |
| ГОСТ 3118—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4204—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4220—75 | Разд. 2 |
| ГОСТ 4461—77 | Разд. 2 |
| ГОСТ 5456—79 | Разд. 2 |
| ГОСТ 9293—74 | Разд. 2 |
| ГОСТ 10727—91 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18300—87 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18394—73 | Разд. 2 |
| ГОСТ 18917—82 | Разд. 2 |
| ГОСТ 20490—75 | Разд. 2 |
| ГОСТ 25336—82 | Разд. 2 |
| ГОСТ 29227—91 | Разд. 2 |
| ГОСТ 29251—91 | Разд. 2 |
| ТУ 6.09.5393—88 | Разд. 2 |

**6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ**

## СОДЕРЖАНИЕ


| | | |
|---|---|---|
| ГОСТ 10062—75 | Газы природные горючие. Метод определения удельной теплоты сгорания | 3 |
| ГОСТ 18917—82 | Газ горючий природный. Методы отбора проб | 20 |
| ГОСТ 20060—83 | Газы горючие природные. Методы определения содержания водяных паров и точки росы влаги | 25 |
| ГОСТ 20061—84 | Газы горючие природные. Метод определения температуры точки росы углеводородов | 36 |
| ГОСТ 22387.2—97 | Газы горючие природные. Методы определения сероводорода и меркаптановой серы | 40 |
| ГОСТ 22387.3—77 | Газы природные. Метод определения кислорода | 64 |
| ГОСТ 22387.4—77 | Газ для коммунально-бытового потребления. Метод определения содержания смолы и пыли | 66 |
| ГОСТ 22387.5—77 | Газ для коммунально-бытового потребления. Методы определения интенсивности запаха | 68 |
| ГОСТ 26374—84 | Газы горючие природные. Метод определения общей и органической серы | 74 |
| ГОСТ 27193—86 | Газы горючие природные. Метод определения теплоты сгорания водяным калориметром | 81 |
| ГОСТ 28726—90 | Газы горючие природные. Метод определения ртути | 90 |


**ГАЗЫ ПРИРОДНЫЕ ГОРЮЧИЕ**

**Методы анализа**


БЗ 9—2004

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *О. Н. Власова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А. П. Финогеновой*

Сдано в набор 21.11.2005. Подписано в печать 20.12.2005. Формат 60·84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 11,16. Уч.-изд. л. 9,00. Тираж 400 экз. Изд. № 3377/2 Зак. 2525. С 2272.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.


gost.e-ecolog.ru


infogostinfo.ru
Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.



gost.e-ecolog.ru