ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР

ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И КОНТРОЛЮ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

**СБОРНИК МЕТОДИК ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ**

**КОНЦЕНТРАЦИЙ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ**

**В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ**

ЛЕНИНГРАД. ГИДРОМЕТЕОИЗДАТ 1987

**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ**

**СЕРОВОДОРОДА ИОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**1. Назначение методики**. Методика предназначена для определения кон­центрации сероводорода в дымовых газах предприятий газовой промышлен­ности, а также в вентиляционных выбросах вискозных производств. Пара­метры анализируемого газа: температура 20—45 °С, относительная влажность 30—80 %, содержание сероводорода 50— 25 000 мг/м3; в анализируемом газе пыли не содержится.

Суммарная погрешность методики во всем интервале концентраций не превышает 20 %.

**2. Метод измерения**. В основе метода лежит ГОСТ 17556—81. Метод заклю­чается в поглощении сероводорода раствором подкисленного хлористого кад­мия (для устранения мешающего влияния меркаптанов) и последующем иодо- метрическом определении образовавшегося сульфида кадмия в поглотитель­ном растворе. Поглотительный раствор для улавливания сероводорода из вентвыбросов вискозных производств готовится слабощелочным (рН 8). Присут­ствие сероуглерода (до 5000 мг/м3) мешающего влияния не оказывает.

**3. Средства измерений, реактивы, материалы:**

склянки поглотительные с распылителями на капиллярной трубке, ем­костью 100 мл, ГОСТ 10378— 73;

колбы конические емкостью 250 мл, ГОСТ 10394—72;

бюретки емкостью 25 мл, ГОСТ 20292—74;

посуда мерная лабораторная стеклянная, ГОСТ 1770—74;

цилиндры мерные, емкостью 10, 25, 100, 1000 мл;

колба мерная, емкостью 1000 мл;

пипетки мерные, емкостью 10, 20 мл;

секундомер, ГОСТ 5072—79;

весы ВЛА-200-М, класс 2, ГОСТ 24104—80Е;

меры массы, ГОСТ 7328—82Е;

барометр-анероид, ГОСТ 23696—79;

термометр стеклянный лабораторный, шкала 0—50 °С, цена деления 0,5 °С, ГОСТ 215—73Е;

счетчик газовый барабанный типа ГСБ-400;

электроаспиратор типа М-822, ЭА-1 или аспиратор водяной, ГОСТ 13478—75;

кадмий хлористый, ГОСТ 4330—76, 10 %-ный водный раствор;

кислота соляная, хч, ГОСТ 3118—77, растворы 0,1 моль/л и 1:1;

кадмий уксуснокислый, ГОСТ 5824—79, 3 %-ный раствор;

натрия гидроокись, хч, ГОСТ 4328—77, раствор 0,1 моль/л;

иод, стандарт-титр (фиксанал), растворы 0,1 и 0,01 моль/л, ТУ 6-09-2540—72; натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), стандарт-титр (фик­санал), ТУ 6-09-2540—72, растворы 0,05 и 0,01 моль/л;

крахмал растворимый, ГОСТ 10163—76, 0,5 %-ный раствор свежеприго­товленный;

вода дистиллированная, ГОСТ 6709—72.

**4. Подготовка и проведение измерений.**

*Отбор проб*

Пробу газа отбирают из газохода с помощью газозаборной трубки, дли­ной не менее 1/6 диаметра трубопровода, через штуцер, установленный на горизонтальном участке, выбранном с учетом безопасности работ и удобства пробоотбора. Пробоотборные линии должны быть изготовлены из коррозион - ностойкого материала. Применяют стальные, алюминиевые или стеклянные трубки, которые присоединяют одним концом встык к поглотительным склян­кам. Место отбора проб в зимних условиях должно быть утепленным. Перед отбором пробы пробоотборные линии должны быть продуты испытуемым газом через тройник, установленный перед входом в поглотительные склянки.

Для улавливания сероводорода из выбросов газовой промышленности в две поглотительные склянки заливают поглотительные растворы: по 50 мл 10 %-ного раствора хлористого кадмия и по 15 мл раствора концентрацией 0,1 моль/л соляной кислоты. Для улавливания сероводорода из вентиляцион­ных выбросов вискозных производств в поглотительные склянки заливают по 50 мл раствора, полученного смешением 3 %- ного раствора ацетата кадмия и раствора едкого натра концентрацией 0,1 моль/л в соотношении объемов 14:1.

Склянки соединяют последовательно встык резиновыми или полиэтилено­выми муфтами; входную трубку первой склянки подсоединяют встык к источни­ку испытуемого газа, а выходную трубку второй соединяют с газовым счет­чиком, если давление в исследуемой системе превышает 1500 мм рт. ст. Если же давление меньше 1500 мм рт. ст., к газовому счетчику подсоединяют электро­аспиратор или пользуются в качестве побудителя расхода водяным аспира­тором. Проверяют герметичность собранной схемы.

Исследуемая проба газа аспирируется с объемным расходом не более 20 дм3/ч так, чтобы поглотительный раствор во второй склянке оставался прозрачным. Для газов вискозного производства необходимо отобрать на анализ 5—10 дм3; для газовой промышленности 0,1—0,2 дм3 при средней концентрации сероводорода 25 000 мг/м3 (ГОСТ 17556—81). Во время отбора проб регистрируют температуру и давление и определяют объем пропущенного газа газовым счетчиком или по объему вытекшей из аспиратора воды при использовании водяного аспиратора.

После окончания пропускания газа поглотительные склянки отсоединяют от пробоотборной линии, счетчика и аспиратора, закрывают заглушками и переносят в лабораторию. Срок хранения пробы не более 5 ч.

*Анализ проб*

Содержимое первой поглотительной склянки переносят в коническую колбу, тщательно обмывают стенки склянки дистиллированной водой, сливая ее в ту же колбу. В колбу пипеткой приливают 10 мл раствора иода и, убедив­шись в избытке иода по бурой окраске раствора, помещают колбу в теплое место на 5 мин, добавляют 10 мл НС1 (1:1) и титруют избыток иода раство­ром тиосульфата натрия до светло-желтой окраски раствора, приливают 1 мл раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Вторая поглотительная склянка является контрольной. При обнаружении в ней сероводорода опыт следует повторить. Аналогично производят титрова­ние поглотительного раствора без пропускания газа.

**6. Обработка результатов измерений.** Концентрацию сероводорода (С мг/м3) вычисляют по формуле

С= (V1-V2) *а* .17 . 1000,

*V0*

где *Vo* — объем пробы газа, приведенный к нормальным условиям (0 °С и 760 мм рт. ст.), дм3; *V1*—объем раствора 0,1 или 0,01 моль/л тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора без про­пускания газа, мл; *V*2 — объем раствора 0,1 или 0,01 моль/л тиосульфата натрия, израсходованный на титрование поглотительного раствора после про­пускания исследуемого газа, мл; а — молярная концентрация раствора тиосуль­фата натрия, моль/л; 17— молярная масса эквивалента сероводорода, г/моль.

Объем газа при нормальных условиях (Ко дм3) рассчитывают по формуле

*Vo =*  273 *Vr* (Р + *AР*)

760 (273 + *t* )

где *Vr* — объем пропущенного через поглотитель газа при условиях отбора, дм3; *Р*— атмосферное давление, мм рт. ст.; *AР*— избыточное давление (разреже­ние) у счетчика или водяного аспиратора, замеренное при отборе из газохо­да, мм рт. ст.; *t* — температура газа перед измерителем расхода в момент отбора пробы, °С.

**6. Техника безопасности.** К отбору проб допускаются операторы техно­логических установок и пробоотборщики, прошедшие специальный инструктаж. Проведение анализов выполняется лицами, обученными правилам работы в хи­мической лаборатории, имеющими допуск к самостоятельной работе. Обяза­тельным является ознакомление со следующими инструкциями: «Общие правила по технике безопасности при работе в химической лаборатории», «Правила пожарной безопасности на предприятиях газовой (или химической) промышленности», «Правила пользования спецодеждой и предохранительными приспособлениями», «Оказание помощи при несчастных случаях».

**7. Требования к квалификации оператора**. К работе могут привлекаться лаборанты, допускаемые по общим правилам к работе с сероводородом, имеющие опыт работы по анализу газов не менее 2 лет и прошедшие инструктаж по технике безопасности работ в химической лаборатории.

Лаборант должен выполнить не менее 3 анализов по определению содер­жания сероводорода в смесях с известными концентрациями и получить результат, отличающийся от заданного значения концентрации сероводорода в смеси, с погрешностью не более чем 20 %, а также случайную составляющую погрешность не более ±8 %.