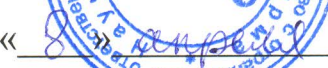


ООО НТФ «БАКС»

УТВЕРЖДАЮ

Исполнительный директор
ООО НТФ «БАКС»

 В.Ю. Любитов

«  » 2011 г.

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СЕРОВОДОРОДА И УГЛЕКИСЛОГО ГАЗА В
РАСТВОРАХ АМИНОВЫХ АБСОРБЕНТОВ**

Самара
2011

РАЗРАБОТАНА

Обществом с ограниченной ответственностью
Научно-технической фирмой «БАКС»
(ООО НТФ «БАКС»).

ИСПОЛНИТЕЛИ

начальник отдела разработок Медведев А.М.,
ведущий инженер Шаховкин О.Б.,
инженер 1 категории Прокопов С.В.



УТВЕРЖДЕНА

Исполнительным директором ООО НТФ «БАКС»
Любимовым В.Ю.

Методика измерений аттестована и оформлена в соответствии с ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725-1 - ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6 ФГУ «Самарский ЦСМ» по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений.

Свидетельство об аттестации № 07/01.00181-2008/2011 от 08.04.2011 г.

Настоящая методика (метод) измерений не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения ООО НТФ «БАКС».

Настоящий документ устанавливает методику (метод) количественного химического анализа проб аминовых абсорбентов для определения в них массовой концентрации диоксида углерода (CO₂) и сероводорода (H₂S) хроматографическим методом с детектором по теплопроводности.

Абсорбенты на основе водных растворов этаноламинов (ДЭА, МДЭА) широко применяются для очистки природного газа от сернистых соединений. Методика предназначена для непрерывного контроля содержания CO₂ и H₂S в аминовых абсорбентах в диапазоне от 0,05 до 10 г/дм³.

Если концентрация в анализируемом растворе превышает указанную верхнюю границу диапазона, допускается уменьшать объем пробы анализируемого раствора с 1 до 0,25 мл. Соответственно изменятся границы диапазона измерений.

Методика предназначена для использования ООО НТФ «БАКС».

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЁ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика измерений обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Таблица 1

Определяемое вещество	Диапазон измерений, г/дм ³	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность с принятой вероятностью $P=0,95$), $\pm\delta$, %
CO ₂	0,05-10	7	13	26
H ₂ S	0,05-10	6	12	24

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в лаборатории.

2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1 При выполнении измерений используются следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

Хроматограф промышленный PGC 90.50 с детектором по теплопроводности,

программа управления и обработки хроматографической информации «Анализатор» (Сертификат № АПО-002-04 от 26.04.04) или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками
Блок пробоподготовки, включающий ПФУ
Колонка хроматографическая 1м 1/8 порapak R или N 80-100 mesh
Персональный компьютер
Термометр типа ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, цена деления 0,1 °С, диапазон измерения от 0 до 55 °С
Барометр-анероид метрологический БАММ-1, цена деления 0,1 кПа, диапазон измерения от 80 до 106 кПа
Гигрометр психометрический типа ВИТ-2, ТУ 25-11.1645-84, диапазон измерения относительной влажности от 30 до 90 %
Колбы мерные 2-100-2;
2-1000-2, ГОСТ 1770-74
Цилиндр мерный 2-250-1, ГОСТ 1770-74
Ареометр, ГОСТ 18481-81
Поверочная газовая смесь ГСО-ПГС, 1-4 % CO₂ и H₂S в гелии
Редуктор баллонный типа БКО-25-2 или БКО-50-2, ГОСТ 13861-89
Мыльно-пенный расходомер или электронный измеритель расхода газа
Гелий газообразный марки «А», ТУ 0271-135-31323949-2005
Воздух, ГОСТ 17433-80
Кислота ортофосфорная, ГОСТ 6552-80
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72
Метилдиэтаноламин (МДЭА), ТУ 2423-005-11159873-2000
Диэтаноламин (ДЭА), ТУ 2423-054-05807977-2000
Натрий сернистый 9-водный, стандарт-титр 0,1 Н, ТУ 2642-002-96994494-08
Натрий углекислый безводный, стандарт-титр 0,1 Н, ТУ 2642-002-96994494-08
Аскарит, ТУ 6-09-4128-75

2.2 Допускается использование других вспомогательных средств измерений, устройств и материалов аналогичного назначения, технические характеристики которых не уступают приведенным выше.

3 ПРИНЦИП МЕТОДА

3.1 Содержание CO₂ и H₂S в растворе этаноламинов определяется методом парофазного анализа. Проба анализируемого раствора смешивается с раствором ортофосфорной кислоты и поступает в термостатируемое парофазное устройство (ПФУ) для достижения равновесия. Избыток кислоты способствует более полному выделению кислых газов из анализируемой жидкости. После установления равновесия выделившиеся CO₂ и H₂S определяются на хроматографе с детектором по теплопроводности.

4 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

4.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.007 и ПБ 09-596-03 «Правила безопасности при использовании неорганических жидких кислот и щелочей».

4.2 Предельно допустимая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны и класс опасности этих веществ устанавливаются по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007 и ГН 2.2.5.1313.

4.3 Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

4.4 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

4.5 При работе с чистыми газами и газовыми смесями должны выполняться «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Ростехнадзором.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

5.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, ознакомившиеся с технической документацией:

- «Промышленный хроматограф PGC 90.50. Руководство по эксплуатации»;
- «Программное обеспечение «Анализатор». Руководство пользователя»;
- «Промышленный хроматограф Dani PGC 90.50 с ПФУ, Описание и Руководство оператора»

и получившие допуск к работе в соответствии с правилами техники безопасности, действующими на предприятии.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +5 до +40 °С;
- атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст.);
- относительная влажность не более 80 % при температуре 25 °С;
- напряжение сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

6.2 Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность приборов, должны быть исключены.

7 ОТБОР ПРОБ

7.1 Отбор пробы включают в себя:

- отбор пробы из трубопровода с помощью зонда;
- транспортировка пробы к хроматографу, сброс избытка пробы в дренажную линию;
- фильтрация;
- снижение давления пробы до необходимого (1-1,5 бар).

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка хроматографа

8.1.1 Подготовку хроматографа к работе проводят согласно руководству по эксплуатации. Условия анализа приведены в приложении Б.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление контрольного или калибровочного раствора – в Приложении В.

8.2.2 Приготовление раствора ортофосфорной кислоты описано в Приложении Г.

8.3 Градуировка хроматографа

8.3.1 Градуировка проводится с применением калибровочных растворов (метод А) или поверочных газовых смесей (метод Б).

8.3.1.1 Метод А

Проводят хроматографический анализ матричного раствора (водного раствора амина без добавления стандарта), приготовленного согласно п. 2 Приложения В. Проводят не менее трех последовательных определений. Определяется средняя площадь пика CO_2 , содержащегося в матричном растворе. Затем в матричный раствор добавляется заранее приготовленный раствор стандарта, как описано в п.п. 3-4 Приложения В. Проводят хроматографический анализ полученного раствора. Градуировочный коэффициент рассчитывается следующим образом:

$$K_{\text{гр}} = C_{\text{ст}} / (S_{\text{ст}} - S_0), \quad (8.1)$$

где S_0 – средняя площадь пика CO_2 матричного раствора, уе;
 $S_{\text{ст}}$ – средняя площадь пика CO_2 после добавления стандарта, уе;
 $C_{\text{ст}}$ – концентрация внесенного стандарта, г/дм³.

Градуировку проводят по точке 1. С учетом начальной концентрации CO_2 в матричном растворе, приготовленный раствор содержит:

$$C_{\text{паспорт}} = S_{\text{ст}} \cdot K_{\text{гр}}, \quad (8.2)$$

где $C_{\text{паспорт}}$ – истинная концентрация приготовленного калибровочного раствора, г/дм³;
 $K_{\text{гр}}$ – градуировочный коэффициент чувствительности для CO_2 .

Это значение заносится в программу как паспорт калибровочной смеси.

Примечание - Ввиду быстрого окисления H_2S в калибровочном растворе для расчета содержания сероводорода рекомендуется использовать калибровочный график для CO_2 с учетом поправочного коэффициента для H_2S .

Определение поправочного коэффициента для H_2S :

- записывают не менее трех хроматограмм калибровочного раствора;
- определяют средние площади пиков CO_2 и H_2S ;
- определяют коэффициенты чувствительности ($K_{\text{H}_2\text{S}}$) для H_2S :

$$K_{\text{H}_2\text{S}} = C_{\text{H}_2\text{S}} / S_{\text{H}_2\text{S}}, \quad (8.3)$$

где $C_{\text{H}_2\text{S}}$ - концентрация H_2S в калибровочном растворе, г/дм³;
 $S_{\text{H}_2\text{S}}$ - средняя площадь пика H_2S калибровочного раствора, уе.

- рассчитывают поправочный коэффициент ($K_{\text{H}_2\text{S}/\text{CO}_2}$) для H_2S

$$K_{\text{H}_2\text{S}/\text{CO}_2} = K_{\text{H}_2\text{S}} / K_{\text{гр}} \quad (8.4)$$

где $K_{\text{H}_2\text{S}}$ - градуировочный коэффициент чувствительности для H_2S .
и заносят его в паспорт анализа.

8.3.1.2 Метод Б

Градуировка проводится по ПГС CO_2 и H_2S в азоте или гелии. ПГС подается в кран-дозатор хроматографа. Для расчета концентрации компонентов в растворе в паспорт анализа вносят поправочные коэффициенты $K_{ж/г}$ для CO_2 и H_2S , учитывающие соотношение объемов жидкой и газовой фазы в ПФУ и степень извлечения компонентов из раствора. Поправочные коэффициенты определяются при анализе контрольного раствора. Метод Б предпочтительнее для технологического контроля, так как срок хранения ПГС больше, чем калибровочного раствора.

Определение поправочного коэффициента для градуировки по ПГС

Определяется градуировочный коэффициент для ПГС (K_g) для каждого определяемого компонента:

$$K_g = C_g / S_g, \quad (8.5)$$

где C_g – концентрация определяемого компонента в ПГС, % об.;

S_g – средняя площадь пика определяемого компонента ПГС, уе.

Определяется градуировочный коэффициент для контрольного раствора ($K_{ж}$) для каждого определяемого компонента:

$$K_{ж} = C_{ж} / S_{ж} \quad (8.6)$$

где $C_{ж}$ – концентрация определяемого компонента в контрольном растворе, г/дм³;

$S_{ж}$ – средняя площадь пика определяемого компонента контрольного раствора, уе.

Определяется поправочный коэффициент для расчета содержания компонента в растворе при градуировке по ПГС ($K_{ж/г}$):

$$K_{ж/г} = K_{ж} / K_g \quad (8.7)$$

9 УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩИХ ВЛИЯНИЙ

9.1 На результаты анализа оказывают влияние смолообразные продукты и углекислый газ.

9.2 Смолообразные продукты, накапливающиеся в процессе работы в технологической установке, могут засорять фильтры и коммуникационные трубопроводы. Для предотвращения попадания смолообразных продуктов в анализируемую пробу отбор проб должен производиться из средней зоны трубопровода и конструкция фильтров должна предусматривать визуальный или иной контроль за состоянием фильтрующих элементов.

9.3 Для предотвращения влияния углекислого газа, который может содержаться в контрольном или калибровочном растворе, попадая из атмосферы, необходимо емкости для растворов оснастить фильтром с аскаритом.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 В процессе цикла анализа блок пробоподготовки выполняет следующие операции:

- фильтрация, снижение давления в потоке пробы;

- отбор заданного объема пробы для анализа (1 мл для диапазона 0,05-10 г/дм³);
- отбор заданного объема кислоты для нейтрализации пробы (2 мл);
- перенос заданного объема пробы и кислоты в ПФУ, выдержка пробы в ПФУ для установления равновесия при заданной температуре (12 мин при 70 °С).

10.2 В промышленном хроматографе с ПФУ все перечисленные операции выполняются автоматически в блоке подготовки пробы. Из соображений безопасности управление всеми клапанами и кранами осуществляется через штатные пневматические линии хроматографа. Схема блока подготовки пробы приведена в Приложении А. Отбор проб производится автоматически перед каждым анализом. Объем пробы, пропущенный через блок перед анализом, должен быть не менее 20-кратного объема всех подводящих коммуникаций.

10.3 После выполнения указанных операций пробоподготовки проводится:

- отбор пробы газа из ПФУ на анализ (0,5-1 мл);
- хроматографический анализ пробы газа;
- обработка хроматограммы (поиск и идентификация пиков);
- слив остатков пробы из ПФУ, продувка ПФУ инертным газом.

10.4 Условия анализа и типовая хроматограмма приведены в приложении Б.

Градуировка хроматографа проводится согласно заданному графику (обычно раз в сутки).

Примечание - Изготовитель оставляет за собой право вносить изменения в конструкцию хроматографа, системы подготовки пробы и программное обеспечение, если это не приводит к ухудшению метрологических характеристик.

В случае, если концентрация компонентов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу заявленного диапазона, допускается замена петли, дозирующей пробу меньшего объема (но не менее 0,25 мл) таким образом, чтобы масса анализируемых компонентов в дозе соответствовала регламентированному МВИ диапазону.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Градуировка может проводиться по раствору (метод А) и по ПГС (метод Б).

Метод А

Концентрация CO₂ (C_{CO₂}) определяется:

$$C_{CO_2} = S_{CO_2} \cdot (C_{\text{паспорт}} / S_{\text{ст}}) \quad (11.1)$$

где S_{CO₂} - площадь пика CO₂ в пробе, уе;

C_{паспорт} - концентрация CO₂ в калибровочном растворе согласно (8.2), г/дм³;

S_{ст} - площадь пика CO₂ в калибровочном растворе, уе.

Так как раствор H₂S плохо хранится, концентрация C_{H₂S} определяется по содержанию CO₂:

$$C_{H_2S} = S_{H_2S} \cdot K_{H_2S/CO_2} \cdot (C_{\text{паспорт}} / S_{\text{ст}}) \quad (11.2)$$

где S_{H₂S} - площадь пика H₂S, уе.

K_{H_2S/CO_2} - относительный коэффициент чувствительности, определяется согласно (8.4).

Метод Б

Градуировка осуществляется по ПГС согласно п. 8.3.1.2. Концентрации рассчитывается по формуле:

$$C_i = S_i \cdot K_{ж/г} \cdot C_o / S_o, \quad (11.3)$$

где S_i - средняя площадь пика определяемого компонента, уе;
 $K_{ж/г}$ - поправочный коэффициента, учитывающий соотношение объемов жидкой и газовой фазы в ПФУ и степень извлечения компонентов из раствора;
 C_o - концентрация определяемого компонента в ПГС, % об.;
 S_o - средняя площадь пика определяемого компонента в ПГС, уе.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

12.1 Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta, P = 0,95 \quad (12.1)$$

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$\bar{X} \pm \Delta_{л}, P = 0,95, \text{ при условии } \Delta_{л} < \Delta,$$

где $\bar{X}$ - результат анализа, полученный в соответствии с методикой измерений;

$\pm \Delta_{л}$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

12.2 Результат определения должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность измерений.

12.3 Результаты измерений оформляются записью в журнале. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим анализ, и руководителем лаборатории.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

13.1 Рекомендуются проводить контроль правильности анализа после:

- значительных расхождений в данных лабораторного анализа;
- замены абсорбента в технологической установке;
- после ремонта или длительного простоя прибора;

- изменения условий анализа.

13.1.1 Алгоритм контроля качества выполнения анализа

13.1.1.1 Образцы для контроля (ОК) должны быть представительны по отношению к анализируемым пробам. Погрешность аттестованного значения ОК – не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа. Образцами для контроля являются контрольные растворы, приготовленные согласно Приложению В. ОК анализируют в точном соответствии с настоящей методикой.

13.1.2 Контроль правильности анализа проводят путем сравнения результата анализа контрольного раствора с его аттестованным значением. Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = |\bar{X} - C|, \quad (13.1)$$

где $\bar{X}$ - результат анализа концентрации компонента в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений.

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_L, \quad (13.2)$$

где $\pm\Delta_L$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению образца для контроля.

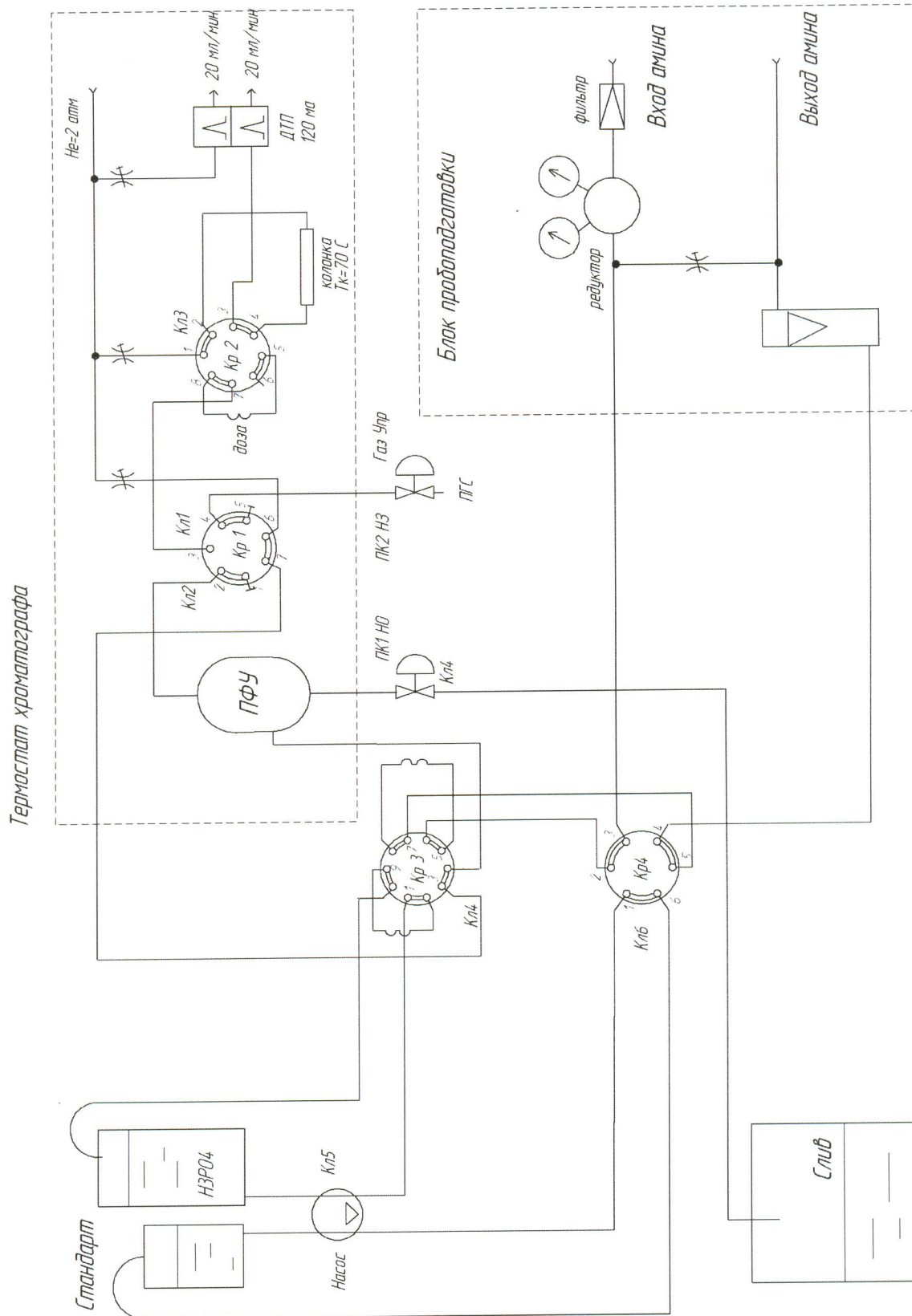
Примечание: Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_L = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

13.1.3 Процедуру анализа признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (13.3)$$

При невыполнении условия (13.3) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13.3) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

ГАЗОВАЯ СХЕМА



Приложение А

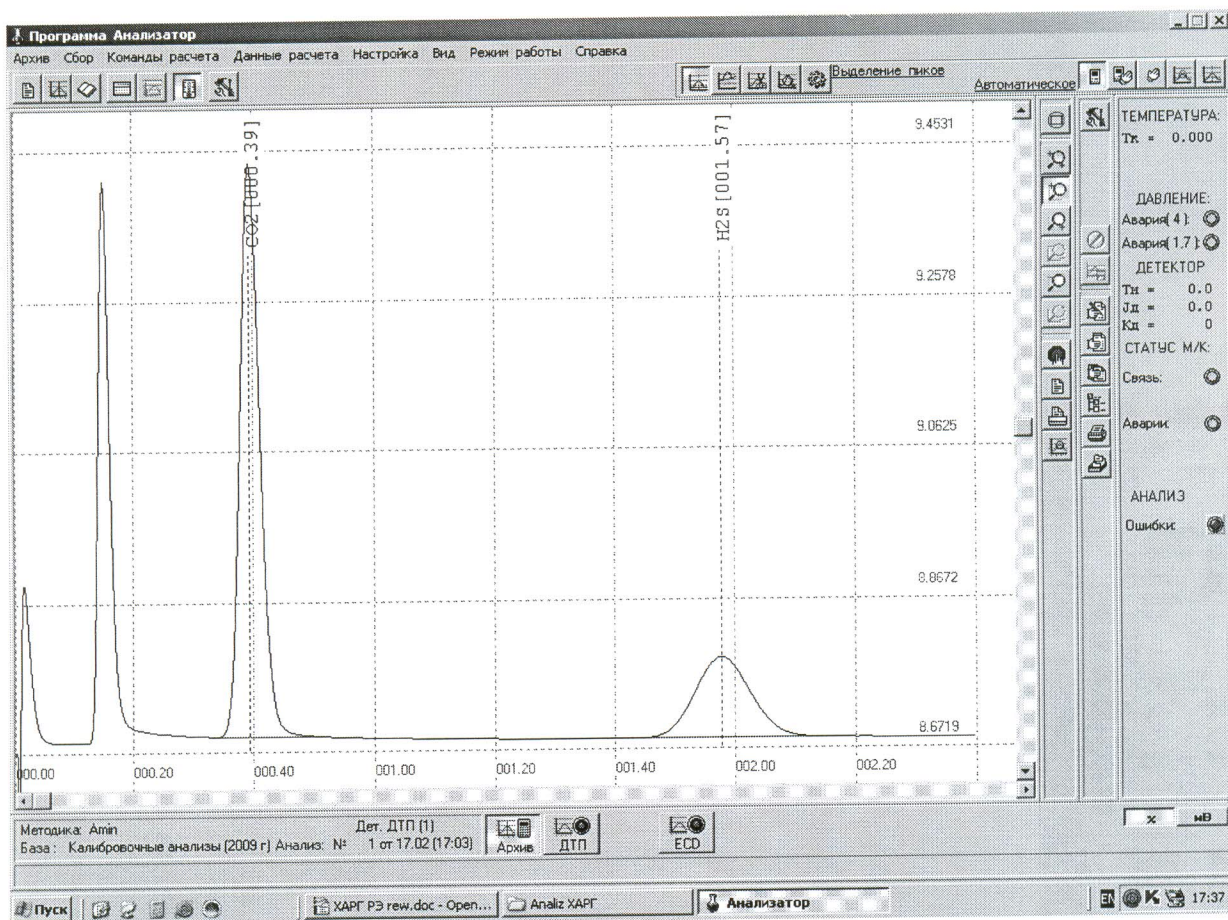
Электронная схема 1. Включает кран 3 и закрывает ПК1 (заполнение ПФУ жидкой пробой)
 2. Включает кран 3-7 крана 1 (продувка доз. пети)
 3. Включает краном 2 (ввод пробы газа)
 4. Включает кран 3 и закрывает ПК1 (заполнение ПФУ жидкой пробой)
 5. Включает насос (подача контрольного раствора и фосфорной кислоты)
 6. Включает Кр4 (подача амина или контрольного раствора)
 на схеме показано исходное положение клапанов при выключенных клапанах в ПО "Анализатор"

Приложение Б

Условия анализа

Объем дозы анализируемой жидкости	1 мл
Объем раствора кислоты	2 мл
Температура ПФА	70 °C
Температура термостата колонок	70 °C
Ток детектора	120 мА
Давление газа-носителя на манометре	2 бар
Давление газа управления на манометре	5 ± 0,5 бар
Расход газа-носителя через сравнительный канал ДТП	30 ± 3 мл/мин
Расход газа-носителя через рабочий канал ДТП	20 ± 3 мл/мин
Расход газа-носителя при продувке ПФУ	70 ± 5 мл/мин
Время включения обратной продувки от начала анализа	2 мин

Типовая хроматограмма



Приготовление контрольного и калибровочного раствора

1 Назначение

Контрольный раствор используется для контроля правильности анализа. Калибровочный раствор используется для ежедневной калибровки хроматографа. Методики приготовления растворов идентичны.

2 Приготовление матричного раствора

Матричный раствор (водный раствор этаноламинов без добавления стандарта) готовится таким образом, чтобы его состав был по возможности близок к составу анализируемого амина. Например:

метилдиэтаноламин	24 %
диэтаноламин	16 %
вода	40 %

Приготовленный матричный раствор следует прокипятить для удаления растворенного CO_2 , перелить в емкость, снабженную патроном с аскаритом, охладить и проверить на чистоту. Проверка проводится с помощью хроматографа PGC 90.50 с ПФУ. Соблюдая необходимые меры предосторожности от попадания CO_2 , записываются не менее двух хроматограмм матричного раствора. При наличии пика CO_2 его площадь записывается и учитывается при расчете концентрации полученного раствора (см. п.6.3.3).

3 Приготовление **первичного стандарта** определяемых компонентов

В матричном растворе растворяют содержимое ампулы 0,1 н стандарт-титра натрия углекислый безводного и 0,1н натрий сернистый 9-водный, и доводят объем раствора до 1 л. Полученный раствор C_1 содержит 2,2 г внесенного стандарта CO_2 и 1,7 г/л H_2S .

4 Приготовление рабочего стандарта

Из полученного раствора первичного стандарта C_1 готовится рабочий стандарт C_2 нужной концентрации (около 0,2 г/л) путем разбавления первичного стандарта матричным раствором. С помощью мерной колбы отбирают 100 мл раствора C_1 , переносят в мерную колбу на 1 л и доводят объем до 1 л матричным раствором. Полученный раствор C_2 содержит 0,22 г внесенного стандарта CO_2 и 0,17 г/л H_2S . Приготовленный раствор переливают в рабочую емкость, снабженную фильтром с аскаритом для защиты от попадания CO_2 .

5 Хранение

Контрольный раствор должен храниться в емкости, снабженной фильтром-поглотителем. Максимальный срок хранения раствора C_2 составляет 2 суток.

В случае, если для определения содержания сероводорода используется поправочный коэффициент для H_2S , определенный согласно 6.3.4, максимальный срок хранения раствора, используемого для градуировки хроматографа, составляет 30 дней.

6 Погрешность приготовления раствора

Погрешность приготовления раствора C_2 (Δ_{C_2}) определяется по формуле:

$$\Delta_{\text{C}_2} = \text{C}_2 \cdot \sqrt{\left(\Delta_{\text{C}_1}/\text{C}_1\right)^2 + \left(\Delta_{\text{V}_1}/\text{V}_1\right)^2 + \left(\Delta_{\text{V}_2}/\text{V}_2\right)^2}$$

где C_2 - аттестованное значение концентрации рабочего стандарта, г/л;
 C_1 - аттестованное значение концентрации первичного стандарта, г/л;

Δ_{C_1} - погрешность приготовления раствора C_1 , г/л;
 V_1, V_2 - отмеряемые объемы, мл;
 Δ_{V_1} - погрешность измерения объема раствора C_1 , взятого для приготовления раствора C_2 , мл;
 Δ_{V_2} - погрешность измерения объема раствора C_2 , мл.

Относительная погрешность приготовления раствора C_1 (Δ_{C_1}/C_1) из стандарт-титров согласно ТУ 2642-002-96994494-08 составляет $\pm 0,01$ с доверительной вероятностью $P=0,95$. Погрешности измерения объема приведены согласно ГОСТ 1770-74. Примеры оценки погрешности приведены в таблицах.

Таблица В. 1

Приготовление растворов с использованием мерных колб 2 класса

Раствор	Концен-трации, г/л		Объем раствора V_1 , мл	Погреш-ность мерной колбы 2-100-2, мл	Объем раствора V_2 , мл	Погреш-ность мерной колбы 2-1000-2, мл	Погрешность концентрации, г/л	
	CO ₂	H ₂ S					CO ₂	H ₂ S
C1	2,2	1,7	-	-	-	-	0,022	0,017
C2	0,22	0,17	100	0,2	1000	0,8	0,0022	0,0017

Таблица В. 2

Приготовление растворов с использованием мерного цилиндра 2-250-1 и мерной колбы 2-1000-2

Раствор	Концен-трации, г/л		Объем раствора V_1 , мл	Погреш-ность мерного цилиндра 2-250-1, мл	Объем раствора V_2 , мл	Погреш-ность мерной колбы 2-1000-2, мл	Погрешность концентрации, г/л	
	CO ₂	H ₂ S					CO ₂	H ₂ S
C1	2,2	1,7	-	-	-	-	0,022	0,017
C2	0,22	0,17	100	1,25	1000	0,8	0,0035	0,0027

Приготовление раствора ортофосфорной кислоты

Реактивы, материалы и средство измерения:

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Кислота ортофосфорная хч или чда	ГОСТ 6552-80
Цилиндр мерный 1 л	ГОСТ 1770-74

Необходимо приготовить около 5 л 50 % ортофосфорной кислоты плотностью 1,335 г/дм³. Так как кислота для нейтрализации амина берется с большим избытком, большой точности при приготовлении раствора не требуется.

1. Ареометром определяют плотность товарной ортофосфорной кислоты
2. По справочным таблицам определяют процентное содержание ортофосфорной кислоты в товарном продукте.
3. Рассчитывают необходимый объем товарной кислоты:

$$V_{\text{тов}} = (V_{50} \cdot \rho_{50} \cdot C_{50}) / \rho_{\text{тов}} \cdot C_{\text{тов}},$$

где V_{50} – объем приготавливаемого 50 % раствора ортофосфорной кислоты, дм³;
 ρ_{50} – плотность приготавливаемого 50 % раствора, г/дм³;
 C_{50} – концентрация приготавливаемого раствора, %;
 $\rho_{\text{тов}}$ – плотность раствора товарной ортофосфорной кислоты, г/дм³;
 $C_{\text{тов}}$ – концентрация товарной ортофосфорной кислоты, %.

4. Рассчитывают необходимый для разбавления объем воды

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = V_{50} \cdot \rho_{50} \cdot (100 - C_{50}) - V_{\text{тов}} \cdot \rho_{\text{тов}} \cdot (100 - C_{\text{тов}}) / \rho_{\text{H}_2\text{O}},$$

где $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ – плотность воды, г/дм³.

5. С помощью мерного цилиндра в рабочую емкость вносят рассчитанные объемы воды и товарной ортофосфорной кислоты. Ареометром контролируют плотность полученного раствора.
6. Полученный раствор необходимо прокипятить для удаления растворенного углекислого газа.

Внимание!

При работе с кислотами необходимо соблюдать требования безопасности ПБ 09-596-03 «Правила безопасности при использовании неорганических жидких кислот и щелочей».

