

前 言

本标准根据我国应用的实际情况,非等效采用 ASTM D 4084—1994《气体燃料中硫化氢分析的标准试验方法(醋酸铅反应速率法)》。

本标准与 ASTM D4084 相比,检测原理相同,但检测仪器不同。ASTM D4084 采用双光路检测系统,本标准采用单光路检测系统。起草单位对本标准进行了重复性验证试验,试验结果表明,本方法切实可行。仪器法检测硫化氢与化学法相比,它更方便快捷,有利于检测数据的数据化传输。本标准一方面采用了国外先进标准,另一方面也丰富了我国石油天然气行业对硫化氢的检测方法。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由全国天然气标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国石油西南油气田分公司天然气研究院。

本标准主要起草人:唐蒙、涂振权、吴敏初。

中华人民共和国国家标准

天然气中硫化氢含量的测定 第2部分：醋酸铅反应速率单光路检测法

GB/T 18605.2—2001

Natural gas—Determination of hydrogen sulfide content—
Part 2: Lead acetate reaction rate single photo path method

1 范围

本标准规定了用醋酸铅反应速率法测定天然气中硫化氢的试验方法。

本标准适用于天然气中的硫化氢含量的测定,测定范围为 $1\sim 990\text{ mg/m}^3$,对高于此范围的气体,可经稀释后测定。

本标准可能涉及到危险物质、危险操作及危险设备的使用。但本标准并不讨论使用过程中涉及的安全问题。在使用前建立适当的安全与健康操作规程并确定各种限制是本标准的使用者的责任。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13609—1999 天然气取样导则

3 方法提要

气体样品以一恒定流量加湿后,通过醋酸铅纸带,硫化氢与醋酸铅反应生成硫化铅,在纸带上产生棕黑色色斑。反应速率及由此引起的颜色变化速率与样品中的硫化氢浓度成正比。采用单光路光电检测器检测反应产生的硫化铅黑斑,产生的电子信号由记录系统采集,并转化为数字输出到显示器,用硫化氢标准气获得仪器的校正系数,以此检测样品中硫化氢的含量。

4 试剂和材料

4.1 醋酸溶液:将 50 mL 冰醋酸(CH_3COOH)加入蒸馏水中制成 1 L 的溶液。蒸馏水应符合 GB/T 6682 规定的二级水的技术要求。

4.2 硫化氢标准气:国家一级或二级标准物质,浓度范围为 $20\text{ mg/m}^3\sim 980\text{ mg/m}^3$ 。

4.3 氮气或甲烷:99.99%。

5 仪器和设备

5.1 硫化氢分析仪

硫化氢分析仪由气路系统、走纸系统、光电检测系统和数据处理系统等几部分组成。

气路系统:由过滤器、气体稳压阀、稳流阀、针形阀、转子流量计、润湿器和反应室等组成。气路系统的气体流量变化不应大于 1%。

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-12-30 批准

2002-08-01 实施

走纸系统：由纸带密封盒、醋酸铅纸带、导纸轮、卷纸马达和压纸机等组成。

光电检测系统：主要由一个单光路的光电头组成。

数据处理系统：由单片机或微处理机、数字显示器、打印机(可选件)组成。

图1为硫化氢分析仪流程示意图。

5.2 醋酸铅纸带：将适当尺寸的纸带，用5%的醋酸铅溶液浸泡并在无硫化氢条件下干燥。也可购买与仪器配套的醋酸铅纸带。

5.3 流量计：皂膜流量计或其他流量计，测量范围20 mL/min~200 mL/min，测量不确定度 $\leq 1\%$ 。

5.4 秒表：分度值为0.01 s。

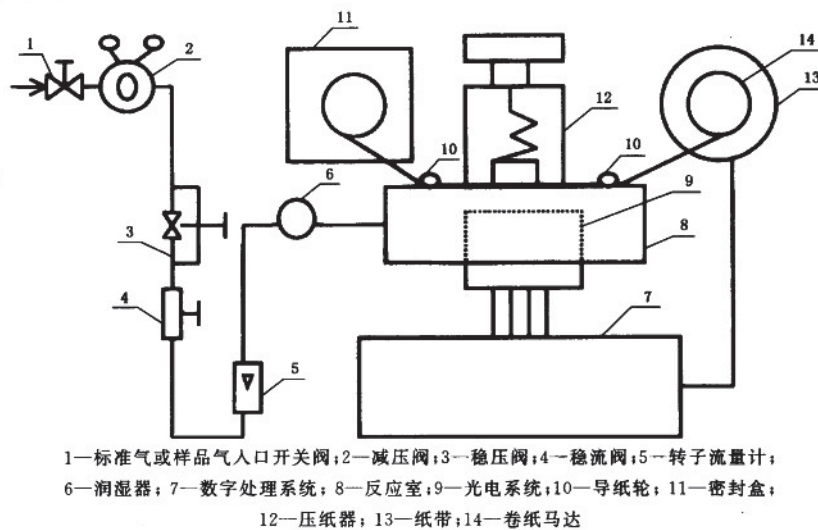


图1 硫化氢分析仪流程示意图

6 仪器的准备

6.1 在润湿器中加入5%醋酸溶液(4.1)，加至仪器要求的液面高度。

6.2 测定校正系数

6.2.1 选择硫化氢标准气

标准气(4.2)的硫化氢浓度应与待测样品的硫化氢浓度尽量接近。

6.2.2 取样

将不含硫化氢的氮气或甲烷(4.3)气体出口用不锈钢管直接与仪器的入口相连接，在预定的流量下，吹扫仪器，仪器的显示值应接近于零，如0.1 mg/m³。

将硫化氢标准气出口用不锈钢管直接与仪器的入口相连接。

6.2.3 气体流量的设定

在30 mL/min~200 mL/min的范围内，将气体流量调节至设定值，应精确至1%。

6.2.4 测定仪器的校正系数

将测定方式切换到校正系数状态，输入标准气的浓度以及其他设置参数值，仪器便显示出用硫化氢标准气测得的校正系数。当连续5次显示的校正系数的相对标准偏差 $\leq 2\%$ 时，可取这5次连续测量的平均值作为仪器测量用的校正系数。

7 样品的测定步骤

7.1 取样

取样前的准备,按 GB/T 13609 执行。将气源气体充分放空后,将气源出口用不锈钢管直接与仪器的入口相连接。

7.2 控制条件

7.2.1 压力

测定时应保持样品在仪器入口的压力与测定校正系数时硫化氢标准气的压力相同。

7.2.2 流量

调节样品气的流量,样品气的流量应与测定校正系数时硫化氢标准气的流量相一致。如果测定样品时的气体流量和其他常数每次都相同,则不必每次都测定校正系数,可以输入原来相同条件下测定的校正系数。

7.3 测定硫化氢含量

将测定方式转换到样品测定状态,输入与样品气流量相对应的校正系数,仪器就可显示出样品中硫化氢的浓度。测定不同的样品前,可用不含硫化氢的氮气或甲烷对仪器进行吹扫,以消除样品相互间的影响。

当样品中硫化氢含量高于仪器的测量范围,可将样品稀释后进行测定。测试报告中应说明稀释方法。

8 结果的表示

取两次平行测定的平均值,作为测定结果。精密度样品中硫化氢的浓度,与标准气浓度的表示方法相同,用 mg/m^3 表示。本标准采用的气体体积计量的标准参比条件是 101.325 kPa, 20℃。

9 精密度

按表 1 的规定判断测定结果的重复性(95%置信水平)。

表 1 重复性

硫化氢浓度/ (mg/m^3)	重复性/% (较小测定值的)
10~300	12
300~600	10
600~800	8
800~990	6