

中华人民共和国国家标准

GB/T 11060.3—2018
代替 GB/T 11060.3—2010

天然气 含硫化合物的测定 第 3 部分：用乙酸铅反应速率双光路 检测法测定硫化氢含量

Natural gas—Determination of sulfur compound—
Part 3: Determination of hydrogen sulfide content by lead acetate
reaction rate dual photo path method

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

订单号: 0100190510041301 防伪编号: 2019-0510-0511-4927-4769 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 2

6 试验准备 3

7 取样和样品测定 3

8 结果的表示 3

9 精密度 4

10 质量保证和控制..... 4

北京中培质联 专用

订单号：0100190510041301 防伪编号：2019-0510-0511-4927-4769 购买单位：北京中培质联

订单号: 0100190510041301 防伪编号: 2019-0510-0511-4927-4769 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

前 言

GB/T 11060《天然气 含硫化合物的测定》分为以下 12 个部分：

- 第 1 部分：用碘量法测定硫化氢含量；
- 第 2 部分：用亚甲蓝法测定硫化氢含量；
- 第 3 部分：用乙酸铅反应速率双光路检测法测定硫化氢含量；
- 第 4 部分：用氧化微库仑法测定总硫含量；
- 第 5 部分：用氢解-速率计比色法测定总硫含量。
- 第 6 部分：用电位法测定硫化氢、硫醇硫和硫氧化碳含量；
- 第 7 部分：用林格奈燃烧法测定总硫含量¹⁾；
- 第 8 部分：用紫外荧光光度法测定总硫含量；
- 第 9 部分：用碘量法测定硫醇硫含量；
- 第 10 部分：用气相色谱法测定硫化合物；
- 第 11 部分：用着色长度检测管法测定硫化氢含量；
- 第 12 部分：用激光吸收光谱法测定硫化氢含量。

本部分为 GB/T 11060 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 11060.3—2010《天然气 含硫化合物的测定 第 3 部分：用乙酸铅反应速率双光路检测法测定硫化氢含量》。与 GB/T 11060.3—2010 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 在范围一章中，增加了“适用于垃圾填埋气、污水处理气体、循环气、燃烧气和燃料气混合物中硫化氢(H₂S)含量的测定。也可用于测定二氧化碳中硫化氢含量”(见第 1 章)；
- 修改了“方法原理”表述(见第 3 章)；
- 删除了“意义和应用”章(见 2010 年版的第 4 章)；
- 在“试剂和材料”一章中，增加了氮气及要求(见 4.2)；
- 在“试剂和材料”一章中，修改了硫化氢标准气体的要求(见 4.3, 2010 年版的 6.2)；
- 在“仪器和设备”一章中，删除了体积计量装置及要求(2010 年版的 5.1)；
- 在“仪器和设备”一章中，修改了样品泵、带传感器的比色速率计和记录仪的要求(见 5.1、5.2 和 5.3, 2010 年版的 5.2、5.3 和 5.4)；
- 删除了“取样”“仪器的准备”“校准”和“样品的测定步骤”章(见 2010 年版的第 7 章、第 8 章、第 9 章和第 10 章)；
- 增加了“试验准备”和“取样和样品测定”章(见第 6 章和第 7 章)；
- 删除了“参比标准样品的准备”章(见 2010 年版的第 11 章)；
- 修改了计算的方法(见 8.1, 2010 年版的 12.1)；
- 增加了“质量保证和控制”章(见第 10 章)。

本部分由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)归口。

本部分起草单位：中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司天然气研究院、中国石油天然气股份有限公司大庆油田工程有限公司、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司输气管理处、中亚管道有限公司。

1) GB/T 11060 的第 7 部分已废止。

GB/T 11060.3—2018

本部分主要起草人：涂振权、李飞雪、侯学志、汪玉洁、高立新、杨建明、周理、罗勤、王华青、许文晓、刘鸿、徐冲、李克、付玥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 18605.1—2001；

——GB/T 11060.3—2010。

北京中培质联 专用

天然气 含硫化合物的测定

第3部分：用乙酸铅反应速率双光路 检测法测定硫化氢含量

1 范围

GB/T 11060 的本部分规定了用乙酸铅反应速率法测定天然气中硫化氢含量的试验方法。

本部分适用于天然气中硫化氢(H_2S)含量的测定。测定范围为 $0.1 \times 10^{-6} \sim 16 \times 10^{-6} (\varphi)$ ，约相当于 $0.1 \text{ mg/m}^3 \sim 22 \text{ mg/m}^3$ ；并且可通过稀释将测定范围扩展到较高浓度。

本部分也适用于液化石油气(LPG)、天然气代用品、垃圾填埋气、污水处理气体、循环气、燃烧气和燃料气混合物中硫化氢含量的测定。也可用于测定二氧化碳中的硫化氢含量。

本部分不涉及与其应用有关的所有安全问题。在使用本部分前，使用者有责任制定相应的安全保护措施，并明确其限定的适用范围。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13609 天然气取样导则

3 方法原理

气体样品以一恒定流量加湿后，流经乙酸铅纸带，硫化氢与乙酸铅反应生成硫化铅，纸带上产生棕黑色色斑。反应速率及产生的颜色变化速率与样品中硫化氢浓度成正比。采用光电检测器检测反应生成的硫化铅黑斑，产生的电压信号经采集和一阶导数处理后得到响应值，通过与已知硫化氢标准气的响应值相比较来测定样品中硫化氢含量。

4 试剂和材料

警示——压缩气瓶中硫化氢可燃，吸入、食入后对人体有害或致命。应在良好通风位置处理压缩气瓶，且远离火花和明火。不正确处理装有空气、氮气或烃的压缩气瓶会产生爆炸。氮气或烃的快速释放会导致窒息，压缩空气助燃。

4.1 乙酸溶液(5%)：将1体积冰乙酸与19体积蒸馏水混合配制成5%乙酸溶液。蒸馏水应符合GB/T 6682规定的二级水的技术要求。

4.2 氮气：纯度不低于99.99%(φ)。

4.3 硫化氢标准气：甲烷或氮气中硫化氢标准气，或者底气与被分析的气体类型相同或类似的硫化氢标准气，国家二级气体标准物质。瓶装标准气减压阀应适用于含硫气体，其连接件应对含硫气体呈钝化或惰性。

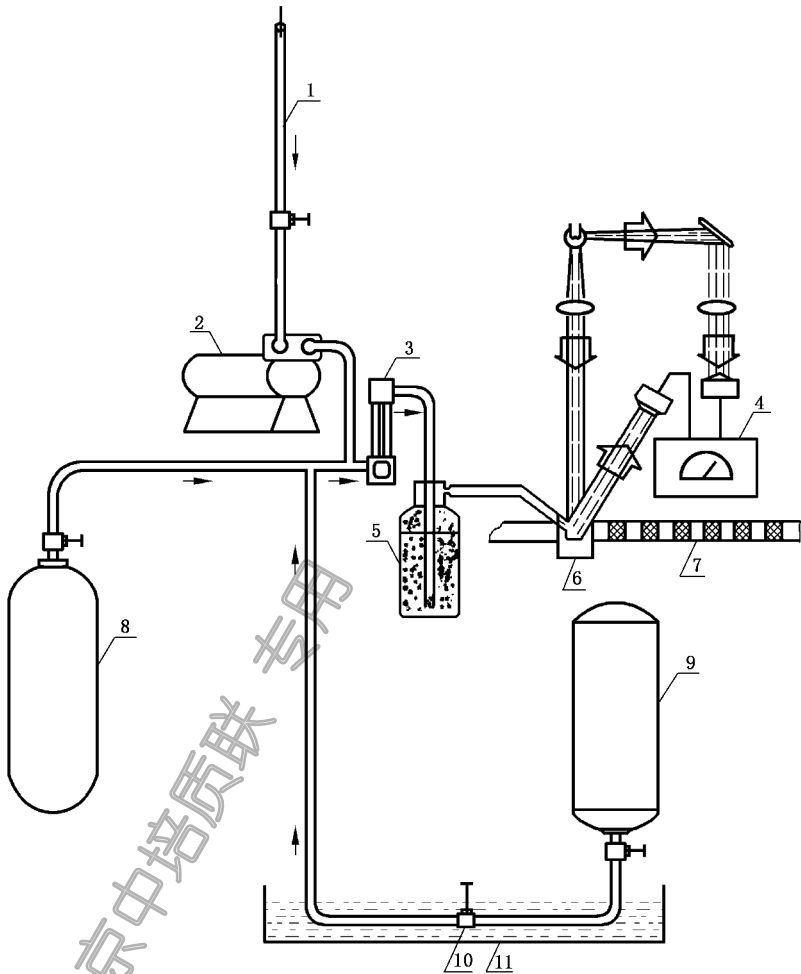
订单号: 0100190510041301 防伪编号: 2019-0510-0511-4927-4769 购买单位: 北京中培质联

4.4 乙酸铅纸带:与仪器配套的乙酸铅纸带。

5 仪器和设备

5.1 样品泵:一台可提供 8 mL/s 以上流量、压力为 70 kPa 的泵。

5.2 带传感器的比色速率计:一种能测量最小的色度变化相当于气体样品中硫化氢浓度为 $0.1 \times 10^{-6}(\varphi)$ 的装置,见图 1。



说明:

- | | |
|---------------|-------------------|
| 1 —— 不带压气体样品; | 7 —— 乙酸铅纸带; |
| 2 —— 样品泵; | 8 —— 带压气体态样品; |
| 3 —— 流量控制装置; | 9 —— 带压液体样品(LPG); |
| 4 —— 比色速率计; | 10 —— 汽化泵; |
| 5 —— 润湿器; | 11 —— 热水浴。 |
| 6 —— 样品室; | |

图 1 硫化氢测定系统示意图

5.3 数据处理系统:采集、处理和记录反应传感器的输出信号。

6 试验准备

6.1 加乙酸溶液

在润湿器中装入 5% 乙酸溶液(4.1)至标志处。乙酸溶液每 2 周更换一次。

6.2 安装乙酸铅纸带

按仪器说明书安装乙酸铅纸带(4.4)。

6.3 开机检查

开机后,按仪器说明书要求对所有操作参数进行检查和调节。

6.4 标定

6.4.1 标准气浓度

根据预期的天然气样品硫化氢浓度,选择合适的 3 个~4 个不同浓度的硫化氢标准气(4.3)。

6.4.2 标定时间间隔

仪器首次或维修后运行,需进行仪器标定。仪器正常运行过程中,每 2 个月标定一次或用户根据测试目的和要求规定标定时间间隔。

6.4.3 标定步骤

将测定方式转换到标定状态,依次将氮气(4.2)和不同浓度硫化氢标准气(4.3)连接到仪器,按仪器说明书进行标定。仪器可自动或手动生成硫化氢浓度曲线,该曲线通常为线性。在正常使用过程中,每天至少用一种有证的硫化氢标准气校验一次。

7 取样和样品测定

7.1 取样

用铝制、聚四氟乙烯或不锈钢取样导管将样品源直接与仪器的入口相连接,或者用铝制、聚四氟乙烯或不锈钢取样瓶按 GB/T 13609 取样,然后再连接到仪器的入口。

7.2 样品测定

将测定方式转换到样品测定状态,带压样品按仪器说明书调节压力和流量,不带压样品按仪器说明书开启样品泵和调节流量,仪器自动显示样品中硫化氢含量(φ 或 ρ)。测定不同的样品前,可分别用氮气(4.2)及样品对仪器气路进行吹扫,以消除样品相互间的影响。当样品中硫化氢浓度高于仪器的测量范围,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

8.1 取两次平行测定的平均值,作为测定结果。样品中硫化氢含量以体积分数(φ , 10^{-6})表示,或以质量浓度(ρ)表示,单位为 mg/m^3 。

8.2 硫化氢的体积分数换算为在 20 °C、101.3 kPa 下的质量浓度(ρ),单位为 mg/m^3 ,按式(1)计算:

$$\rho = 1.417\varphi \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——未知样品中硫化氢的质量浓度,单位为毫克每立方米(mg/m³)；

φ ——未知样品中硫化氢的体积分数,10⁻⁶。

在其他温度和压力时应作适当的校正。

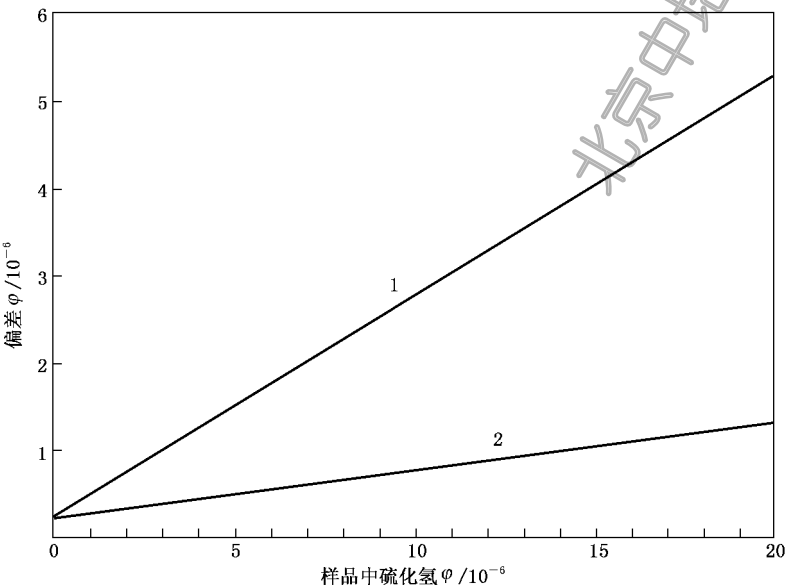
9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不超过图 2 所示的重复性限,超过重复性限的情况不超过 5%。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的差值不超过图 2 所示的再现性限,超过再现性限的情况不超过 5%。



说明：
1——再现性限；
2——重复性限。

图 2 重复性和再现性

10 质量保证和控制

10.1 仪器正常使用中,每天应至少分析一种受控的质控样品(有证的硫化氢标准气)保证仪器的性能、试验步骤及试验结果的准确性。

10.2 各检测机构应制定质量控制和质量评价方法,并能确保试验结果的可靠性。

订单号: 0100190510041301 防伪编号: 2019-0510-0511-4927-4769 购买单位: 北京中培质联

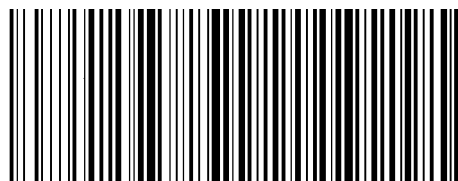
北京中培质联 专用

 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国质检出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 11060.3-2018
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100190510041301
防伪号: 2019-0510-0511-4927-4769
时 间: 2019-05-10
定 价: 21元



GB/T 11060.3-2018

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
天然气 含硫化合物的测定
第3部分:用乙酸铅反应速率双光路
检测法测定硫化氢含量

GB/T 11060.3—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2018年9月第一版

*

书号: 155066 • 1-61353

版权专有 侵权必究