ICS 77.150.99

CCS H63

**NPCA**

宁波市石油和化工行业协会标准

T/NPCA \*\*\*\*—\*\*\*

**EO/EG装置用致稳剂甲烷氢**

## Stabilizer methane hydrogen for EO/EG feedstock

## （送审稿）

202X - XX - XX 发布 202X- XX - XX 实施

宁波市石油和化工行业协会 发 布

前  言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由宁波市石油和化工行业协会提出。

本文件由宁波市石油和化工行业协会归口。

本文件起草单位：中国石化镇海炼化分公司、宁波镇海炼化有限公司、宁波富德能源有限公司、诺力昂化学品（宁波）有限公司

本文件主要起草人：\*\*\*。

本文件为首次发布。

EO/EG装置用致稳剂甲烷氢

警示：如果不遵守适当的防范措施，本文件所属产品在生产、运输、装卸、贮运和使用过程中可能存在危险。本文件无意对与本产品有关的所有安全问题提出建议。用户在使用本文件之前，有责任采取适当的安全和防范措施，并确定相关规章限制的适用性。

1. 范围

本文件规定了EO/EG装置用致稳剂甲烷氢的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于乙烯裂解装置经深冷工艺分离得到的含少量氢气的甲烷混合物，该产品用于乙烯氧化生产环氧乙烷装置的致稳剂。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190 危险货物包装标志

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11141 工业用轻质烯烃中微量硫的测定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

甲烷氢 Methane hydrogen

在乙烯裂解生产过程中产生的以甲烷和氢气为主混合气。

1. 要求

4.1 致稳剂甲烷氢应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 项 目 | 指 标 |
| 1 | 甲烷,%(体积分数) 不小于 | 93.0 |
| 2 | 氢气,%(体积分数) 不大于 | 报告 |
| 3 | 乙烷,%(体积分数) 不大于 | 0.1 |
| 4 | 乙炔,%(体积分数) 不大于 | 0.1 |
| 5 | 乙烯,%(体积分数) | 报告 |
| 6 | 一氧化碳,%(体积分数) 不大于 | 1.0 |
| 7 | 二氧化碳,%(体积分数) | 报告 |
| 8 | C3 及以上含量,%(体积分数) 不大于 | 0.5 |
| 9 | 硫含量,mg/kg 不大于 | 1.0 |

1. 试验方法

5.1 甲烷、氢气、乙烷、乙炔、乙烯、C3 及以上含量、二氧化碳和一氧化碳等的测定

见附录A。

5.2 硫含量的测定

按GB/T 11141中的紫外荧光法进行。

6 取样

取样应按照GB/T 3723和GB/T 6678、GB/T 6680的规定进行，取样量应满足检验、留样需要。

7 检验规则

7.1 检验分类

出厂检验项目为表1中的全部项目，应逐批进行检验。

7.2 组批规则

出厂检验时，应选取生产条件基本相同，在一定周期内质量均匀的产品为一批。由若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过1个月。

7.3 判定规则

检验结果的判定采用GB/T 8170中规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合表1的技术要求时，则判定该批产品合格。

7.4 复检规则

如检验结果不符合表1要求时，应按照GB/T 3723和GB/T 6678、GB/T 6680重新加倍取样，复检。如复检结果仍不符合表1要求，则该批产品判为不合格。

1. 标志、标签和随行文件

8.1 标志、标签

甲烷氢属于易燃气体，相关的安全提示性信息见附录B，其中危险性标志和标签的规定见GB 190、GB13690和GB 30000.7。

8.2 随行文件

每批出厂产品都应附有质量证明书。质量证明书上应注明生产企业名称、产品名称、生产日期或批号、本文件编号等。

1. 包装、运输和贮存

9.1.1 甲烷氢的贮存、运输应符合国家《危险化学品安全管理条例》的规定。此外，还应执行《移动式压力容器安全技术监察规程》、《液化气体汽车罐车安全监察规程》等有关规定。

9.1.2 甲烷氢储存于阴凉、通风处，远离火种、热源。温度不宜超过30℃。应与氧化剂、卤素分开存放，切忌混储。采用防爆型照明、通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。储区应备有消防器材和泄漏应急处理设备。

附录A

（规范性）

甲烷、氢气、乙烷、乙炔、乙烯、C3 及以上含量、二氧化碳和一氧化碳等的测定

A.1　方法概要

　　采用具有一台具有5只阀、七根色谱柱，一个氢火焰检测器（FID）、二个热导检测器（TCD）的气相色谱仪。FID通道用于分析烃类，C6及以上组分反吹作为一个组分，在C1-C5组分前出峰；第一个TCD通道用于分析永久性气体（CO2、CO、O2、N2、COS和H2S）；第二个TCD通道专用于测定氢气含量。用外标法计算各组份的含量。

A.2　试剂和材料

A.2.1　载气

氢气：纯度大于99.99%（体积分数）。

氦气/氮气：纯度大于99.99%（体积分数）。

A.2.2　助燃及阀驱动气

空气。

A.2.3　标准气

根据分析样品中组份含量，购买市售标准气。一般用氮气作稀释气，含有氢气、甲烷、乙烷、乙烯、乙炔、丙烷、环丙烷、丙烯、异丁烷、正丁烷、正丁烯、反丁烯、顺丁烯、丙二烯、甲基乙炔、异戊烷、1，3－丁二烯、一氧化碳、二氧化碳等组份，其浓度接近被测样品中的组份浓度。

A.3　仪器

A.3.1　气相色谱仪：Agilent 7890A或其它色谱仪，配2只十通气体进样反吹阀、1只六通气体进样阀、1只六通顺序反转阀、1只六通柱隔离阀，2个热导检测器、1个氢火焰检测器。检测烃通道使用25ul定量管，检测永久性气体通道使用0.25ml定量管，检测氢通道使用0.5ml定量管。要求仪器对本方法所规定最低测定浓度的杂质所产生的峰高至少大于仪器噪音的两倍。

A.3.2　色谱工作站：EZ-Chrom或其它符合要求的工作站。

A.3.3 色谱柱：见表1推荐色谱柱，或同类产品，推荐典型操作条件见表2

表2　推荐的色谱柱及典型操作条件

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 检测器 | FID | TCD1 | | TCD2 |
| 检测器温度 | 250℃ | 200 | | 200℃ |
| 氢气：（ml/min） | 30 | 42 | | — |
| 氮气：（ml/min） | 35 | — | | 42 |
| 空气：（ml/min） | 350 | — | | — |
| 进样口温度： | 120℃ | — | | — |
| 分流比 | 30:1 | — | | — |
| 色谱柱 | 1# 0.5米　HayeSep　Q　80/100目,填充柱  2# 6英尺（1.8米）　HayeSep　Q　80/100目,填充柱  3# 8英尺（2.4米）　Molecular　Sieve　5A　60/80目,填充柱  4# 3英尺（0.9米）　HayeSep　Q　80/100目,填充柱  5# 8英尺（2.4米）　Molecular　Sieve　5A　60/80目，填充柱  6# 2m×0.32mm×5um　DB-1，毛细管柱  7# 25m×0.32mm×8um　HP-AL/S，毛细管柱。 | | | |
| 柱温： | 50℃保持2分钟，然后以10℃/分钟到100℃，保持4分钟。 | | | |
| 阀切换时间 | 阀 | | 开 | 关 |
| 阀1 | | 0.02 | 0.8 |
| 阀2 | | 1.5 | 3.4 |
| 阀3 | | 1.4 | 10 |
| 阀4 | | 0.02 | 1.5 |
| 阀5 | | 0.02 | 0.45 |

A.3.4 典型分析谱图见图1、图2、图3。



图1 FID通道的典型色谱图



图2 TCD1通道（永久气体）的典型色谱图



图3 TCD2通道（H2）的典型色谱图

A.4　试验步骤

A.4.1　开启色谱仪和色谱工作站。

A.4.2　按操作条件设定仪器参数。

A.4.3　仪器稳定后即可进行测定。

A.4.4　校正：在符合规定的操作条件下，向色谱仪注入标准样品，重复测定两次，计算各组份的绝对校正因子和相对校正因子，采用外标法进行定量，再将三个通道的组分含量归一到100%。

A.4.5　试样测定：在符合规定的操作条件下，向色谱仪注入待测样品，通过工作站用外标法定量，再将三个通道的组分含量归一到100%。

A.5　计算

A.5.1　Ci＝Ai×fi

式中：

　　Ci——样品中i组分的含量,%(体积分数)；

　　Ai——i组分峰面积；

fi——i组分校正因子；

A.6　精密度

A.6.1　重复性

　　同一操作者重复测定两次，分析结果之差应符合下面所列重复性要求。

组分浓度X，%（体积分数） 重复性

X≥20 ±1.5%（体积分数）

1≤X＜20 不大于算术平均值10%

0.01≤X＜1 不大于算术平均值20%

A.7　报告

外报结果精确到小数点后两位。当结果小于检测下限0.01%（体积分数）时，报告为<0.01%（体积分数）。

附录B

(资料性)

安全

B.1 在甲烷氢含量有可能增加的地方，应设通风装置，并对甲烷含量进行监测。

B.2 检修和加工处理甲氢烷生产装置或容器之前，应先用氮气或其他惰性气体将甲烷氢置换，直至甲烷和氢气含量(体积分数)小于5 \*10-2 以下。

B.3 当容器发生泄漏时，应立即切断周围火源，人员迅速撤离至泄漏区上风处，并进行隔离，严格限制出人。应急处理人员应佩戴正压式呼吸器，在消防设施齐备完好的情况下进入现场，尽可能切断泄漏源，合理通风，加速扩散。