

中华人民共和国国家标准

工业氢

Industrial hydrogen

GB/T 3634—1995

代替 GB 3634—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氢的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存和运输及安全要求。

本标准适用于水电解法、食盐电解法制取之压缩与未压缩工业氢,主要用于石油和油脂加氢、人造宝石和石英玻璃制造、金属切割与冶炼。

分子式: H_2

相对分子质量: 2.016(按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 4962 氢气使用安全技术规程

GB 5099 钢质无缝气瓶

GB/T 5832.2 气体中微量水分的测定 露点法

GB 7144 气瓶颜色标记

3 技术要求

工业氢的技术指标应符合表 1 要求。

表 1

项 目		指 标		
		优 等 品	一 等 品	合 格 品
氢纯度, 10^{-2}	\geq	99.90	99.50	99.00
氧含量, 10^{-2}	\leq	0.01	0.20	0.40
氮含量, 10^{-2}	\leq	0.04	0.30	0.60
氯		符合检验	符合检验	符合检验
碱		符合检验	符合检验	符合检验
水分	露点 C \leq	-43	—	
	游离水 mL/瓶	—	无	100

注: ① 表中纯度和含量以体积分数表示(V/V)。

② 水电解法制取的氢不规定氯。

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

4 试验方法

4.1 氢纯度

氢纯度以体积分数表示,按式(1)计算求得:

$$\psi = 100 - (\psi_1 + \psi_2) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: ψ ——氢纯度(体积分数), 10^{-2} ;

ψ_1 ——氧含量(体积分数), 10^{-2} ;

ψ_2 ——氮含量(体积分数), 10^{-2} 。

4.2 水分的测定

4.2.1 游离水的测定

用倒置法测定。在室温下将氢气瓶垂直倒置 10 min 后,微开瓶阀,让水以微小流量流入干燥清洁的容器内,当有氢气喷出时,立刻关闭瓶阀,用量筒计量流出的水量,一等品无游离水,合格品含水量不超过 100 mL,方符合标准要求。

4.2.2 水蒸汽含量的测定

优等品水分按 GB/T 5832.2 测定。

4.3 氧(氮)和氮的测定

4.3.1 方法和原理

采用气相色谱法。

用色谱柱使样品气各组分分离,以热导池检测各组分含量。当样品气经色谱柱分离后进入热导池时,由于各组分导热系数和含量的不同,就会从热敏元件上带走不同的热量而引起其阻值的变化,因此在测量电桥的输出端就立即给出相应的信号,由此测定各组分含量。

4.3.2 仪器

采用气相色谱仪,要求对氧、氮的检测限应小于 10×10^{-6} 。仪器的安装及调试按说明书要求进行。气相色谱仪的示意流程图见图 1

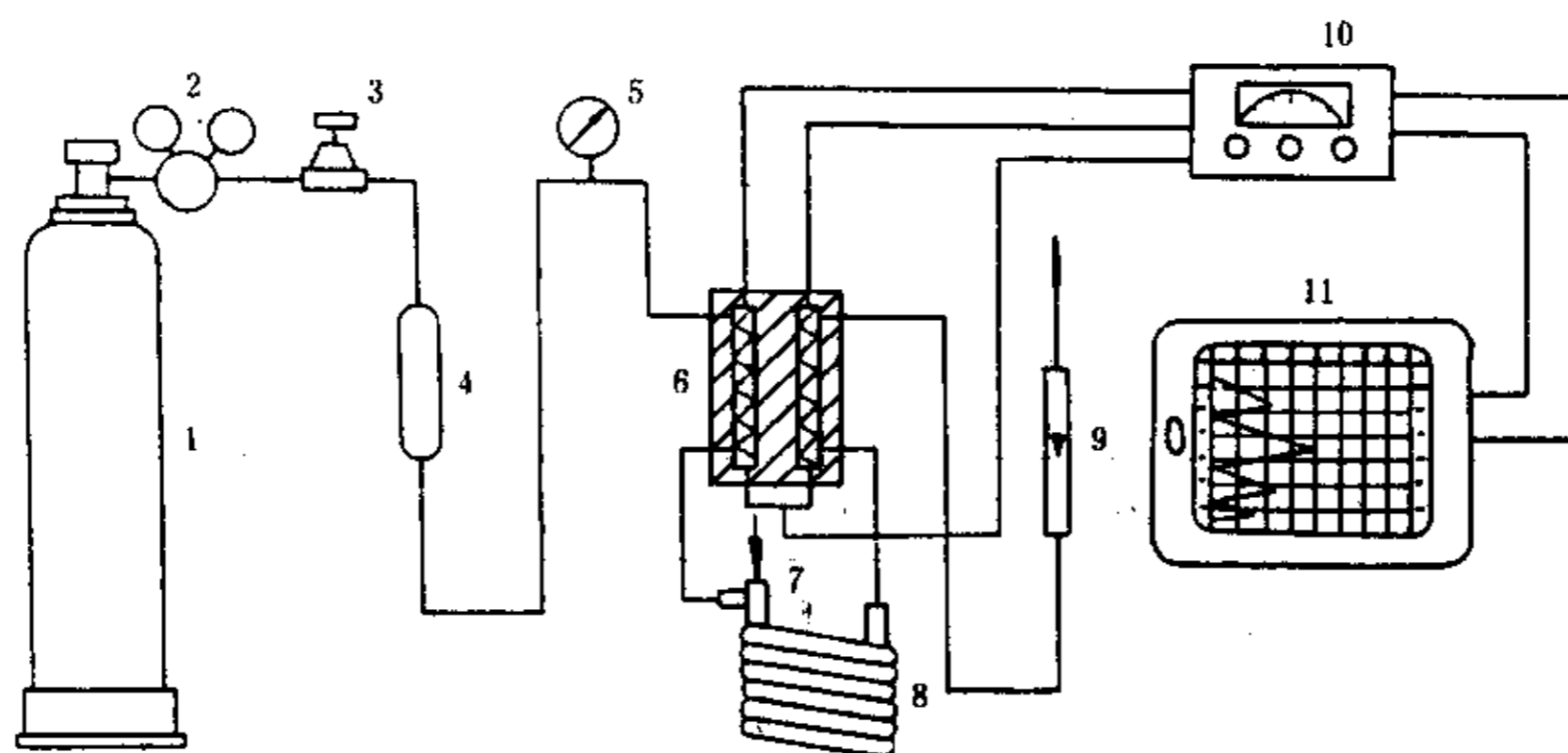


图 1 气相色谱示意流程图

- 1 氢载气瓶;2—减压阀;3—调节阀;4—干燥管;5—压力表;6—热导池;7—进样器;
8—色谱柱;9—流量计;10—测量电桥;11—记录仪

4.3.3 测定条件

- a. 检测器:热导池;
- b. 桥路电流:150~200 mA;

- c. 载气纯度:不低于 99.99×10^{-2} 的纯氢;
- d. 载气流速:约 40 mL/min;
- e. 进样体积:1~5 mL;
- f. 色谱柱:长 1 m、内径 4 mm、内装 0.25~0.40 mm 的 5A 分子筛后活化。柱温为室温。

4.3.4 测定步骤

4.3.4.1 启动:按气相色谱仪使用说明书启动仪器。开启载气,充分置换系统,接通仪器电源,同时调节仪器各部达到测定条件,待仪器稳定后即可测定。

4.3.4.2 定标:采用其组分含量与样品相应组分含量相近的标准气或采用纯空气作标样,以标准气作仲裁。用空气作标准气时,采用 1 mL 定体积量管进样,信号适当衰减,测出相应的氧、氮峰面积。当采用配制的标准气时可用峰高(或峰面积)。重复进样二次,其相对偏差不大于 5%,取其平均值。

4.3.4.3 测定:将样品气用定体积量管直接进样,进样后观察氧峰与氮峰的出现,并分别测出其峰面积,重复进样二次,其相对偏差不大于 5%,取其平均值。

4.3.5 结果处理

4.3.5.1 氢中被测组分的含量按式(2)计算:

$$\psi_i = \psi_s \cdot \frac{A_i}{A_s} \dots\dots\dots(2)$$

式中: ψ_i ——样品气中被测组分含量(体积分数), 10^{-2} ;

ψ_s ——标准气中被测组分含量(体积分数), 10^{-2} ;

A_i ——样品气中被测组分峰面积, mm^2 ;

A_s ——标准气中被测组分峰面积, mm^2 。

4.3.5.2 以两次平行测定的算术平均值为测定结果,平行测定的相对偏差不大于 5%。

4.4 碱的测定

4.4.1 方法和原理

采用酚酞显色法。

酚酞指示剂在 pH 值为 8.0~10.0 范围内(碱性溶液中),呈红色。因此氢中碱通过装有酚酞指示剂浸渍的棉花塞时可显出红色,由此测定。

4.4.2 试剂和材料

a. 乙醇(GB/T 679):化学纯;

b. 氢氧化钠(GB/T 629):化学纯,4 g/L 溶液;

c. 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液;将 1 g 酚酞溶于 70~80 mL 50% 的乙醇水溶液中,再用氢氧化钠溶液调至中性,最后用蒸馏水稀释至 100 mL;

d. 脱脂棉;

e. 蒸馏水。

4.4.3 测定步骤

测定装置见图 2。

在玻璃取样管中用镊子塞入 0.15~0.20 g 脱脂棉,并用 10 g/L 酚酞指示剂 20~25 滴浸湿,然后立即接在测定装置上(橡皮塞中的导管口应距棉花塞 2~5 mm)。开启样品气阀,以 100 mL/min 的气速通过取样管,用湿式流量计计量,取样 2 L。如果棉花塞不变红,则氢中碱含量符合检验。

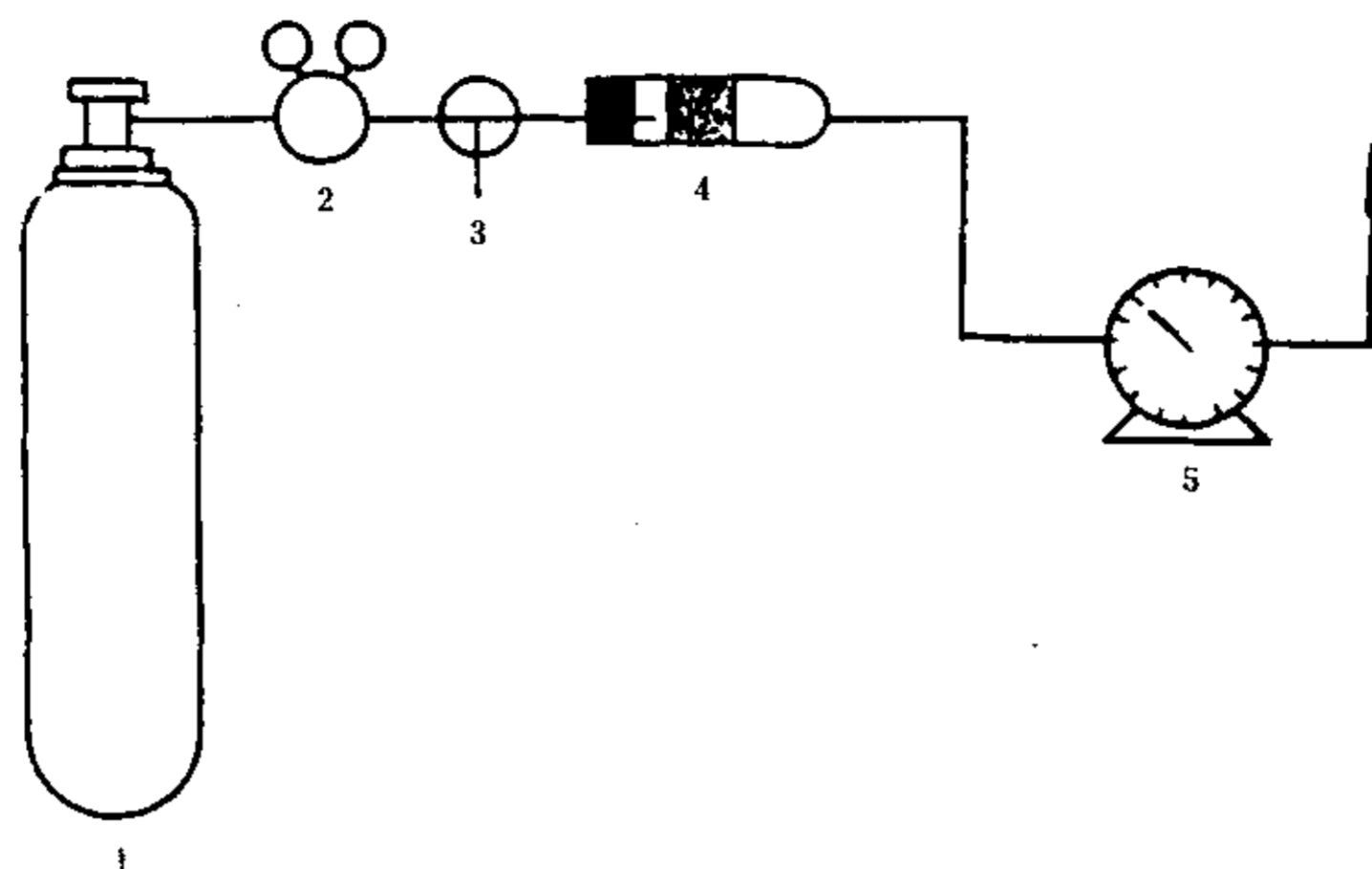


图2 碱、氯测定装置

1—氢气样品钢瓶；2—减压阀；3—三通活塞；4—取样管(长9 cm、内径2 cm)；5—湿式流量计

4.5 氯的测定

4.5.1 方法和原理

采用溴荧光黄显色法。

氢中氯通过装有溴荧光黄指示剂浸渍的棉花塞时,产生化学反应生成四溴荧光素,形成红色着色层,由此测定氯。

4.5.2 试剂和材料

- a. 氢氧化钾(GB/T 1919):100 g/L 溶液;
- b. 溴化钾(GB/T 649);
- c. 碳酸钾(GB/T 1397);
- d. 溴荧光黄指示剂:称取 30 g 溴化钾和 1 g 碳酸钾溶解到 100 mL 蒸馏水中;将 0.1 g 荧光素钠盐溶解到 1 mL 100 g/L 氢氧化钾溶液中;把两种溶液混合即成。
- e. 脱脂棉;
- f. 蒸馏水。

4.5.3 测定步骤

测定装置见图 2。

在玻璃取样管中用镊子塞入 0.15~0.20 g 脱脂棉,并用溴荧光黄指示剂 20~25 滴浸湿,然后立即接在测定装置上(橡皮塞中的导管口应距棉花塞 2~5 mm)。开启样品气阀,以 100 mL/min 的气速通过取样管,用湿式流量计计量,取样 1 L。如果棉花塞不变红,则氢中碱含量符合检验。

5 检验规则

5.1 工业氢由生产厂的技术监督部门进行检验,应保证出厂的工业氢符合本标准要求。

5.2 瓶装工业氢按表 2 规定的瓶数随机抽样检验,成批验收。当检验结果有一瓶不符合本标准技术要求时,应重新加倍抽样检验,若仍有一瓶不符合本标准技术要求时,则该批产品不合格。

表 2 瓶装工业氢抽样的个数

每批瓶装工业氢数量,瓶	抽 样 数, 瓶
100 以下	3
101~500	5
501~1 000	10

- 5.3 管道输送的工业氢,每8个小时抽样检验一次,当检验结果有任何一项指标不符合本标准要求时,则该8小时内产品不合格。
- 5.4 用户亦按照本标准规定验收。
- 5.5 当供需双方对产品质量有意见分歧时,由双方共同检验或提交仲裁。

6 包装、标志、贮存及运输

- 6.1 氢气的包装、标志、贮存及运输应符合《气瓶安全监察规程》的规定。
- 6.2 充装氢气的气瓶应符合 GB 5099 的规定,气瓶的颜色标记应符合 GB 7144 的规定。
- 6.3 瓶装氢的充装压力在 20℃ 时为 13.5 ± 0.5 MPa。测量用的压力表精度为 2.5 级,量程为 0~25.0 MPa。
- 6.4 返厂氢气瓶的余压不得低于 0.05 MPa。没有余压的气瓶、水压试验后的气瓶、新气瓶等,在充装前必须按规定要求进行加热、抽空和置换。
- 6.5 氢气出厂时应附有质量合格证,其内容包括:
- 产品名称;
 - 生产厂名称;
 - 生产日期或批号;
 - 产品的体积;
 - 本标准代号及等级。
- 6.6 氢气的体积按式(3)计算:

$$V = KV_0 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——瓶装氢气在 0.101 3 MPa、20℃ 时的体积, m^3 ;

V_0 ——氢气瓶的水容积, L;

K ——换算为 20℃、0.101 3 MPa 状态下氢气体积的系数,由附录 A(补充件)计算求得或查得。

7 安全要求

- 7.1 氢气的使用应符合 GB 4962 的规定。
- 7.2 氢为无色、无味、无嗅、易燃易爆气体,它和氯、氧、一氧化碳及空气的混合物有爆炸危险。
氢和空气混合物的爆炸限为 $4 \times 10^{-2} \sim 75 \times 10^{-2}$ (氢);
氢和氧混合物的爆炸限为 $4 \times 10^{-2} \sim 95 \times 10^{-2}$ (氢);
氢和一氧化碳混合物的爆炸限为 $13.5 \times 10^{-2} \sim 49 \times 10^{-2}$ (氢);
氢和氯的混合比为 1:1 时,在光照下即可爆炸。
由于氢气的存在不易被感官发现,氢气的点火能很小,爆炸能很高,因而在使用和贮运时要严加注意。
- 7.3 氢气在室内聚集,其含量达到爆炸限时,有发生爆炸的危险。在氢气氛中,人有被窒息的危险,因而在氢含量有可能增加的地方应设有通风装置。必要时应设有氢气警报仪,以对氢气含量进行监测。
- 7.4 检修或处理氢气管道、设备、气瓶之前,必须先用氮气将氢气置换到符合动火规定,方能开始工作。
- 7.5 氢气由气瓶嘴泄漏或快速排放时有发生着火的危险,因而瓶装氢气出厂时,应保证瓶嘴和瓶阀无泄漏,并旋紧瓶帽。因而瓶装氢在使用时开启瓶阀要缓慢。
- 7.6 瓶装氢气应存放于无明火,远离热源,通风良好,远离氧化剂气瓶及可燃材料的地方。氢气瓶库房的建筑、电气、耐火、防爆要求等应符合有关规范的规定。
- 7.7 长途运输时,氢气瓶上应附有 GB 190 中之指定标志。

附 录 A
换算系数 K 值的计算
(补充件)

在 20℃, 0.101 3 MPa 状态下氢气体积换算系数 K 按下式计算:

$$K = \left(\frac{P}{0.101\ 3} + 1 \right) \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{10^{-3}}{Z}$$

式中: P ——气瓶内气体压力, MPa;

t ——气瓶内气体温度, ℃;

Z ——在温度为 t , 压力为 P 时, 氢的压缩系数。

氢气在不同温度和压力下的 K 值如下表:

温度, ℃	压 力, MPa							
	9.8	11.8	13.7	14.2	14.7	15.2	15.7	16.2
-40	0.116	0.137	0.158	0.163	0.168	0.174	0.179	0.184
-35	0.113	0.134	0.155	0.160	0.165	0.170	0.175	0.180
-30	0.111	0.132	0.152	0.157	0.162	0.167	0.172	0.176
-25	0.109	0.129	0.149	0.154	0.158	0.163	0.168	0.173
-20	0.107	0.126	0.146	0.151	0.155	0.160	0.165	0.170
-15	0.105	0.124	0.143	0.148	0.152	0.157	0.162	0.166
-10	0.103	0.122	0.140	0.145	0.150	0.154	0.159	0.163
-5	0.101	0.119	0.138	0.142	0.147	0.151	0.156	0.160
0	0.099	0.117	0.135	0.140	0.144	0.149	0.153	0.157
5	0.097	0.115	0.133	0.137	0.142	0.146	0.150	0.155
10	0.096	0.113	0.131	0.135	0.139	0.144	0.148	0.152
15	0.094	0.111	0.128	0.133	0.137	0.141	0.145	0.149
20	0.092	0.109	0.126	0.130	0.135	0.139	0.143	0.147
25	0.091	0.108	0.124	0.128	0.132	0.136	0.140	0.145
30	0.089	0.106	0.122	0.126	0.130	0.134	0.138	0.142
35	0.088	0.104	0.120	0.124	0.128	0.132	0.136	0.140
40	0.086	0.103	0.118	0.122	0.126	0.130	0.134	0.138

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出, 由化学工业部西南化工研究院归口。

本标准由化学工业部光明化工研究所、化学工业部西南化工研究院负责起草。

本标准主要起草人王希光、段淑芳。

本标准优等品等效采用 JIS K 0512—74《氢》中工业用氢(4类)。