



湖南石油化工职业技术学院

Hunan Petrochemical Vocational Technology College

学生毕业设计成果

设计题目： 天然气中总硫含量测定的流程设计

专业名称： 石油化工技术

班级名称： 石化 3175

学生姓名： 陈佩媛

指导教师： 曹林毅

责任领导： 刘芬

二零二零年四月

学生毕业设计成果要求

1、学生毕业设计成果要全面概述了毕业设计思路、毕业设计成果形成过程、成果特点等；相关文档结构完整、要素齐全、排版规范、文字通畅，表述符合行业标准或规范要求。字数应不少于 4000 字。

2、毕业设计成果要能正确运用本专业的相关标准，逻辑性强，表达（计算）准确；引用的参考资料、参考方案等来源可靠；能体现本专业新知识、新技术、新工艺、新材料、新方法、新设备、新标准等。

3、学生毕业设计成果应表现为物化产品、软件、文化艺术作品、方案等形式。其中，表现形式为物化产品、软件、文化艺术作品的，须另附说明（内容包括毕业设计思路、毕业设计成果形成的过程及特点等）。学生毕业设计成果不得以论文、实习总结、实习报告等形式替代。

4、严禁剽窃、抄袭他人成果；不得与他人成果内容完全雷同或基本相同。

5、文本格式规范必须符合一下要求。

(1)使用 A4 纸，页面设置为左边距为 3 厘米，上、下边距和右边距为各为 2.5 厘米。正文统一为小四仿宋体，全文首行缩进 2 字符，行距为 26 磅。

(2)全文不要超过四级标题，文章标题为三号黑体加粗，居中，段后 0.5 行，副标题四号黑体，居中，段后 1 行，若文章无副标题，须将标题的段后间距设为 1 行；一级标题为四号仿宋体加粗，段后 0.25 行；二级标题为四号仿宋体，段后 0.25 行；三级标题为小四号仿宋体加粗，段后 0.25 行；四级标题为小四号仿宋体，段后 0.25 行。

(3)目录只显示三级目录，字体为小四仿宋体，行距为 1.5 倍行部距。页脚中插入页码，仿宋体六号居中。

(4)表格居中，标题仿宋体小四加粗居中，段后 0.5 行；表格的表头行为小四仿宋体正中，表格中的数据行为小四仿宋体，并需进行合理格式设置。图片标号仿宋体五号居中，段前、段后各 0.25 行。

(5)参考文献用样文中的规定格式，顶行，字体为五号仿宋体，行距为 24 磅。

6、承诺书中的签字和日期必须由本人亲笔签字，不得打印或代签。

学生毕业设计成果真实性承诺书

本人郑重承诺：我所递交的毕业设计材料，是本人在指导老师的指导下独立进行完成的；除文中已经注明引用的内容外，不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。对本设计的共同完成人所做出的贡献，在对应位置已以明确方式标明。若被查出有抄袭或剽窃行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切后果。

学生（确认签字）： 签字日期：2020.4.20

指导教师关于学生毕业设计成果真实性审核承诺书

本人郑重承诺：已对该生递交的毕业设计材料中所涉及的内容进行了仔细严格的审核，其成果是本人是在的指导下独立进行完成的；对他人成果的引用和共同完成人所做出的贡献在对应位置已以明确方式标明。不存在有作品（产品）剽窃和抄袭他人成果的行为。若查出该生所递交的材料有学术不端的行为，或由此所引起的法律责任，本人愿意承担一切责任。

指导教师（确认签字）： 签字日期：2020.4.25

目 录

一、成果简介.....	1
(一) 简介.....	1
二、设计思路.....	2
(一) 制定过程.....	2
1、数据处理.....	2
2、精密度处理.....	2
(二) 工艺过程.....	3
1、制定过程.....	3
2、精密度实验结果.....	3
三、设计过程.....	4
(一) 准备工作.....	4
(二) 实验步骤.....	4
(三) 实验结果.....	5
(四) 实验要求.....	6
四、成果特点.....	6
五、收获与体会.....	7
(一) 收获.....	8
(二) 感受体会.....	8
参考文献.....	8

天然气中总硫含量测定的流程设计

一、成果简介

(一) 简介

天然气中的总硫含量为管理控制气体的气质非常重要的措施。90年代中期，荷兰天然气基础设施公司（荷属 GASUNIE）的研究表明，当总硫浓度超过 50 毫克/立方米，该管道将有一定的腐蚀作用。此外，二氧化硫，酸雨，空气污染的总燃烧。我们的强制性国家标准 GB17820-2012“气”和欧洲的标准或规范的天然气总硫含量做出限量规定。GB17820-2012 预定硫系气体的浓度的总质量≤60 毫克/立方米，欧洲国家预定范围的总硫限值通常为 8~150 毫克/立方米之间。天然气工业从 20 世纪 70 年代初的中国发展公司中国石油西南油气研究所，尚未从事检测和天然气标准化硫化化合物的管理，已通过测量形成的一系列化合物的天然硫国家安全标准。在国际标准的修订自 2000 年以来的实质性参与的方法可以是单个操作系统和依靠经验和技术沉淀西南油气田公司含硫天然气相应的国际标准工作日 IAS 复杂局面的开始油田开发和设计过程中，总硫的测定，自 2011 年开始，学校开始实验大力通过分析中国国内天然气总硫测定方法标准的进展推动国际环保标准的制定，建立国际化总硫的总硫标准管理体系的市场确定逐步取消决心正在开展的有关教育方法的研究工作的国际标准主要开发，以建立一个“总硫的氧化微库仑测定”和国际服务标准“的总硫测定紫外荧光法”。其中，ISO 16960：库仑氧化标志测量天然气的总硫含量）2014 测量总硫测量内容释放制剂和硫化化合物的近两倍国际标准的测量的增加：硫大大提高测量数据和信心的整体可靠性；ISO 20729：2017（使用紫外荧光法“的第一个国际标准的配制技术和实验室人类列的释放之间再现数据测量气体硫化化合物”的化合物天然气大大改善的稳定性和抗噪性能的总硫含量测定含硫总硫的方法。同时，中国正在进行积极发展现场测定的相关工作，国际社会标准，这将通过测量推进总硫测量从实验室“总硫色谱法测定”，因为总硫的测定实现网上基础。

二、设计思路

在上世纪 80 年代研究所，制定并下发 Measuring 方法原理国家标准 GB 119（菜肴的总数，氧化微胶囊的气相色谱法测定）是：将烧伤样品在测试时与氧气平台混合石英管的转化，转化成氧气，当复杂的气体进入滴用碘池反应，消耗电力不从 supplement. According 到电解的法拉第定律，在样品中的硫含量通过电解功耗计算释放。

（一）制定过程

在发展过程中，主要精力和重点是精密地进行测试，无论是在国际标准和国际专家编写的过程中总硫含量都是要关心的内容和重点，也是测量的标准方法之一硫化化合物的核心。测定氧化范围 Microcoulometry 1 毫克/立方米~ 1000 mg / m³，和测量范围可以扩展到更高的浓度被稀释。因此，本设计采取氧化 microcoulometry 天然气——总硫含量的测定。

1、数据处理

精密度试验的数据是根据的 ISO4259 的基础上的试验数据的精度：2006 的石油产品的测试方法，用于数据的行为确定处理和分析的精度。

2、精密度实验结果

在表 1 中在最大的可重复性和再现性的范围内的每个总硫浓度为 ISO16960:2014 重复性限和再现限制所规定的基础上，分别见表 2 和表 3。

表 1 全硫测定的重复性和再现性测试数据汇总表

序号	ρ (总硫)	重复性	再现性
1	$1 \leq \rho \leq 10$	0.20~0.45	0.25~1.31
2	$10 \leq \rho \leq 20$	0.31~0.70	0.85~2.71
3	$20 \leq \rho \leq 60$	0.48~2.71	1.48~5.91
4	$60 \leq \rho \leq 100$	1.64~2.91	4.09~9.11
5	$100 \leq \rho \leq 200$	2.55~4.11	3.21~14.1

6	$200 \leq \rho(\text{总硫}) \leq 224$	4.71~5.71	6.92~14.78
---	-------------------------------------	-----------	------------

表 2 总硫质量浓度重复性

$\rho(\text{总硫})$	$1 \leq \rho \leq 10$	$10 \leq \rho \leq 20$	$20 \leq \rho \leq 60$	$60 \leq \rho \leq 100$	$100 \leq \rho \leq 200$
重复性	0.440	0.710	2.701	2.902	4.101

表 3 总硫质量浓度再现性

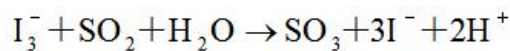
$\rho(\text{总硫})$	$1 \leq \rho \leq 10$	$10 \leq \rho \leq 20$	$20 \leq \rho \leq 60$	$60 \leq \rho \leq 100$	$100 \leq \rho \leq 200$
再现性	1.30	2.70	5.90	9.10	14.20

(二) 工艺过程

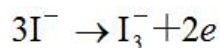
1、实验原理

酸气转换在一个石英管与氧气混合燃烧,硫转换成二氧化硫,氮入口和碘滴定法细胞反应,碘电解钾消耗的补充。根据法拉第定律,能量消耗的电解计算样品中硫的量,与标准样品和校正。

滴定过程发生化学反应:



电解产生 I_3^- 的电极反应:



测定时,先配制含硫标准试样,待仪器稳定后进样,记录库仑仪的响应值,由式计算硫的转化率(F),如果转化率低于 75%,应查明原因。

$$F = \frac{m_0}{\rho_0 V_1} \times 100\%$$

在同样试验条件下,进待测试样,记录仪器读数 W,计算硫含量。

$$\rho = \frac{m}{V_n F}$$

2、精密度实验结果

在条件下重复性的工作繁殖条件,95%置信区间,两个独立的系统获得的测试结果,我们不应该使用不同超过表 4 中给出的可重复性限制,再现性极限超过一定极限的重复性和再现性限制的概率不超过 5%。

表 4 精密度不同要求总硫质浓度范围

ρ (总硫)	di	Di	重复性	再现性
1~5	0.303	0.400	0.81	1.12
5~20	0.727	0.919	2.01	2.61
20~100	1.464	1.939	4.11	5.43
100~200	2.626	4.154	7.41	11.62

通过实验数据表明,在 1~20 mg/m³ 范围内,精密度较好符合标准要求。

三、设计过程

(一) 准备工作

- 1、移液管、烧杯、容量瓶、吸耳球、废液杯等齐全,玻璃仪器洁净。
- 2、微库仑仪使用状态完好,气瓶压力符合实验要求,其他的符合化验室安全管理规定。

(二) 实验步骤

- 1、硫电解质制备:按 0.5 克,0.6 克氢碘化物重叠氮化物在 500 毫升的去离子水,钠用 5ml 冰醋酸,用去离子水稀释至 1000ml 瓶,从浅棕色色调。
- 2、打开氮气和氧气的钢瓶阀门,确认减压阀表指示不少于 1 MPa 的压力,低压表的指示数值为 0.2~0.3 MPa。否则,更换氮气和氧气钢瓶和低压力表压力调整。
- 3、调节氮气和氧气的流量。氮气为 150mL/min,氧气为 120mL/min。

4、温度控制开关被打开时，风扇开关再次接通，则设置裂解炉的温度 - 气化部和燃烧部的温度，向汽化部 850 度，燃烧部分的温度设定为 750 度。

5、冲洗滴定池。先把旧电解液放掉，然后用新鲜的电解液冲洗滴定池池体、侧壁 2~3 次，冲洗的过程中应避免侧壁产生气泡，保持液面高度在距离铂片上面 5~8 毫米。

6、将滴定池放在搅拌器中,用夹子固定好，将放大器的四根电极引线 with 电解池的四个电极对应一个系列,不要错了。搅拌器必须首先电源开关,然后去调节搅拌速度会产生轻微涡合适。

7、打开硫氯分析程序，点击联机操作，设定测量参数：电阻为 600 欧姆；放大倍数 120；进样量 4 uL，测定标样。测量偏压，偏压要求在 140—190mV；

8、分析标样，平行测定 2 次，记录和保存数据。

9、析样品，平行测定 3 次，记录和保存数据。

10、关软件，电脑→关进样器→关主机

11、关温控，风扇不关→关氮气、关氧气→关搅拌器开关，断开夹子（很重要），移开搅拌（防止把石英管损坏）→拆下电解池，换新电解液→3 小时后关风扇。

（三）实验结果

氧化微库仑法测定的结果 6 样品的总硫含量和企业标准物质基础证书标准,两者之间的情况如表 5 所示。

表 5 氧化微库仑法测定总硫结果与标准值的比对

ρ (总硫)/(mg · m ⁻³)			
编号	测得值	标准值	测得值与标准值之差
1	25.80	24.95	0.880
2	49.6	50.10	-0.591
3	114.4	100.00	13.890
4	206.5	202.02	4.550
5	301.0	301.31	-0.230

(四) 实验要求

- 1、录真实、及时、齐全，格式正确，不得随意涂改。
- 2、合理保留有效数字。
- 3、对平行试验结果进行重复性判断。结果报告：取重复测定两个结果的算术平均值。
- 4、试验过程中保持台面整洁，试验结束收拾熟练。废液处理符合我室安全管理条例。

四、成果特点

广泛应用于生产线和民用燃气管道气化率高的高汽化剂可应用于我国许多地区，由高效气化装置和辅助供热装置组成，安全可靠的设备配有液位计，超标时遥控液位报警，机械式防液装置使管理人员能够直接了解现场或值班室内汽化器的运行情况，能够有效保证设备的安全运行和气体的正常供应。运行成本低，汽化故障率是非常低的。空气温度运行成本基本上为零。

五、收获与体会

(一) 收获

做毕业论文设计工作以来从不了解天然气，到了解天然气的知识，操作，相关技术参数，以及我们应该需要注意考虑到的因数，感谢学校老师的指导与辅助，感谢他们帮助过的同学，自己可以最大的收获就是一个从不了解汽化器到了解学习到了汽化器大概有多少种。化油器空气温度是什么样子，有什么自己的到库中的角色找资料，找信息时，我的心脏有种成就感，喜气洋洋，还能体验到学习的快乐。虽然没有这么辛苦的做了这么多的工作，但是我们看见学生自己发展做出来的图，看到他们自己可以亲手打出的每一个字和每一个表格框，还有就是学会通过调查，心里满满的充满着

喜悦之情，从来不会感到辛苦。这是一段艰难的旅程，但它也教会了我如何掌握一件事，如何做一件事，如何完成另一件事。

本次毕业设计是在学习总结报告使用我们的强强联合的做法，这将对我的能力的促进锻炼。一步就是一个数据脚印，实事求是的学习生活态度和不畏艰辛，吃苦耐劳，持之以恒的精神文化信仰是我这次社会最大的收获。这不仅是我的训练相关的能力所学到的理论知识和实际操作，分析和解决问题的能力。并且在进行设计发展过程中也使得我跟的同学之间相互关系又更进一步，与同学可以一起互相帮助学生共同面对生活困难和寻找努力的方向的团结感，使得对于我们经常在深夜一起加班加点，努力拼搏，这也能够更加拉近了我们通过彼此的心。和学生互相讨论，互相学习，互相使用的服务。我们学会了一个团队进行合作，学会了包容学生理解，学习了人与人之间和谐相处的道理。

本次毕业设计之后，我觉得学到了理论知识的重要性，学到了很多知识，也经历了很多艰辛，但也发现有很大的专业知识，并利用自己的学习差异的能力，但完成毕业设计感觉还是有很大进步，我充分领略了操作过程中的学习时间困难和成功的喜悦。使所学的理论基础知识和实运用我们一起，同时也巩固了所学的理论进行知识和实践活动操作的技能，及进一步提高学习了很多。

（二）感受体会

一步一个脚印，扎实严谨，对待学习，不怕困难，勤奋求实的态度，毅力是我最大的收获。它不仅仅培养了我熟练运用已学理论基础知识和实践教学技能、解析这些问题、解决问题的能力。理论知识与实际操作知识的结合，极大地改善了问题的处理。在选书的过程中，每次读书的时候都能找到信息，兴奋和激动的时候想想就很有成就感。我必须做出获取信息极大地提高了能力。

参考文献

- [1] 张金锐, 伍意玉. 石油化工分析基础知识问答[M], 北京: 中国石化出版社, 1998, 08.
- [2] 韩旭国. 石油产品硫含量测定方法的比较[J]. 黑龙江科技信息, 2009, 02
- [3] 李霞, 石油及其产品中硫含量的测定方法[J]. 石油与天然气化工, 2006, (35): 480-483.
- [4] 赵霞, 杨波. 电化学分析方法在测定石油及其产品非金属元素含量中的应用[J]. 2005, (07): 1-5.
- [5] 付刚, 孔德铭, 王新华. 石油产品中硫含量测定方法评价[J]. 炼油与化工, 2006, (03): 39-41.
- [6] 尹振星, 韩丽萍, 王钢峰. 微库仑分析原理及其在石油化工产品硫含量分析中的应用[J]. 内蒙古石油化工, 1999, 06.