



中华人民共和国国家标准

GB/T 5275.8—2014/ISO 6145-8:2005

GB/T 5275.8—2014/ISO 6145-8:2005

气体分析 动态体积法制备校准用 混合气体 第8部分:扩散法

Gas analysis—Preparation of calibration gas mixtures using dynamic
volumetric methods—Part 8: Diffusion method

(ISO 6145-8:2005, IDT)

中华人民共和国
国家标准
气体分析 动态体积法制备校准用
混合气体 第8部分:扩散法
GB/T 5275.8—2014/ISO 6145-8:2005

*
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.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50448 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 5275.8-2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

准加读数),则相对合成不确定度为:

$$u(pT, \text{cor}) = \pm 2 \times 0.11\% = 0.22\%$$

C.3.4 载气中的杂质

通过适当的气体净化,如通过分子筛干燥加上硅胶和活性炭过滤(可能再加上对烃类的催化转化),载气中苯的浓度可低于 $0.5 \times 10^{-9} \text{ g/m}^3$ 。则相关不确定度为:

$$u(\text{cg, 纯度}) = \pm \frac{0.5 \times 10^{-9}}{\sqrt{3}} = \pm 0.3 \times 10^{-9} \text{ g} \cdot \text{m}^{-3}$$

这一不确定度只对校准气体含量低于 $60 \times 10^{-9} \text{ g/m}^3$ 的情况有影响。

C.3.5 载气流量的短期波动

由于已对实际温度条件进行了流量校正,这里只需考虑与温度无关的短期波动。对于所用质量流量控制器而言,这些短期波动取决于测量,其相对不确定度为 $\pm 0.1\%$,所以:

$$u(q_{\text{cg}}, \text{短期}) = \pm 0.1\%$$

C.3.6 载气流量的合成不确定度

通过对上述不确定度的合成,可估得上述条件下瞬时(实际)载气流量的相对合成不确定度为:

$$u(\text{cg}, q_v) = \pm \sqrt{u^2(\text{流量}) + u^2(\text{标准测量条件}) + u^2(\text{cg, 纯度}) + u^2(pT, \text{cor}) + u^2(\text{cg, 短期})} \\ = \pm 0.26\%$$

C.4 校准组分含量的合成不确定度

合成校准组分质量流量不确定度和载气体积流量不确定度,可估算得到校准组分含量的相对不确定度为:

$$u(\rho) = \pm \sqrt{u^2(c, q_m) + u^2(\text{cg}, q_v)} = \pm 0.6\%$$

C.5 校准组分含量的扩展不确定度

置信区间为 95% ,包含因子 $k=2$,可得到校准组分含量的相对扩展不确定度为:

$$U(\rho) = \pm 1.2\%$$

前 言

GB/T 5275《气体分析 动态体积法制备校准用混合气体》分为以下几部分:

- 第1部分:校准方法;
- 第2部分:容积泵;
- 第4部分:连续注射法;
- 第5部分:毛细管校准器;
- 第6部分:临界锐孔;
- 第7部分:热式质量流量控制器;
- 第8部分:扩散法;
- 第9部分:饱和法;
- 第10部分:渗透法;
- 第11部分:电化学发生法。

本部分为 GB/T 5275 的第 8 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 6145-8:2005《气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第 8 部分:扩散法》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

- GB/T 5275.7—2014 气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第 7 部分:热式质量流量控制器(ISO 6145-7:2009, IDT)。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国气体标准化技术委员会(SAC/TC 206)归口。

本部分起草单位:中国计量科学研究院、西南化工研究设计院有限公司、上海淞化气体化工有限公司。

本部分主要起草人:周泽义、陈雅丽、蔡体杰。

附 录 C
(资料性附录)
周期性称量系统不确定度计算实例

C.1 概述

本例基于 10 cm³ 的苯扩散池,通常质量流量 5.0 μg/min,每四周称量一次(称量间的通常质量差为 201.6 mg)。

C.2 扩散池质量流量的测量

C.2.1 天平

连续测量所得质量差的不确定度 u 以 $\sqrt{2}$ 乘以单次称量的不确定度表示。这一不确定度通过天平校准得到,本例中,单次称量的不确定度为 $\pm 50 \mu\text{g}$ 。因此,天平称量不确定度为:

$$\mu(m_1 - m_2) = \pm\sqrt{2} \times 50 = \pm 70 \mu\text{g}$$

C.2.2 浮力效应

浮力效应的不确定度是由扩散管体积(10 cm³)、单次称量时温度、压力和相对湿度(RH)的极值计算得出。压力、温度和湿度的极值组合为 98.6 kPa/292.9 K/60%RH 和 103.7 kPa/292.5 K/40%RH,相应的空气密度极值为 1 165.5 μg·cm⁻³[5],假定按余弦分布处理,则空气密度的不确定度为:

$$u(\rho) = \frac{(1\ 231.7 - 1\ 166.5)}{2\sqrt{3}} = 15.7 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$$

那么体积为 10 cm³ 的扩散池的不确定度为:

$$u(\text{浮力}) = \pm 10 \times 15.7 = \pm 157 \mu\text{g}$$

称量的总不确定度为:

$$u(\Delta m) = \pm 172 \mu\text{g}$$

对于通常质量流量为 5.0 μg/min,称量间隔为四周的扩散池,天平称量的相对不确定度为:

$$\frac{u(\Delta m)}{\Delta m} = \pm 172 / 201\ 600 = 0.000\ 85 = 0.09\%$$

C.2.3 物质纯度

以制造商给出的纯度($\geq 99.8\%$)来估算不确定度,假定按余弦分布处理且不对杂质进行校正,则物质纯度的相对不确定度为:

$$u(\text{纯度}) = \pm \frac{0.2}{\sqrt{3}} = \pm 0.12\%$$

C.2.4 时间测量

若连续称量间时间间隔的测量不确定度小于 1 min。时间间隔为 40 320 min,则测量的不确定度可忽略不计。

1 范围

本部分规定了通过扩散法制备摩尔分数在 $10^{-9} \sim 10^{-3}$ 范围内的校准用混合气体的动态法。本方法的相对扩展不确定度 U ,其值不超过 $\pm 2\%$,由合成标准不确定度乘以包含因子($k=2$)得到。

若扩散源和使用位置间的管路很短,则扩散法可用于制备沸点在 40 °C~160 °C 范围内的室温下为液态有机组分的低浓度校准用混合气体。

本部分规定的扩散法,不仅适用于制备与大气环境和室内空气中浓度相当的多种烃类的校准用混合气体,也适用于制备低浓度的水混合气体。

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。

ISO 6145-7 气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第 7 部分:热式质量流量控制器 (Gas analysis—Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods—Part 7: Thermal mass-flow controllers)

3 原理

校准组分经合适尺寸(长度、直径)的扩散管扩散,进入待制备混合气体的载气流中。容器中装入已知高纯度的液态校准组分作为组分蒸气来源,在容器上垂直安装扩散管。这一装置(扩散池)放置在恒温槽中,恒温槽被已知恒定流量的高纯度载气吹扫(如图 1 所示)。混合气体的组成由校准组分的扩散质量流量和载气流量确定。

校准组分的扩散质量流量原则上取决于:

- 校准组分在载气中的扩散系数;
- 校准组分在恒温槽温度下的蒸气压;
- 扩散管尺寸。

通过将扩散管放置在磁悬浮式微量天平上进行连续称量,或通过其他微量天平周期性称量,可精确测定扩散的质量流量。测定方法会影响校准组分的(瞬时)质量流量不确定度。