



中华人民共和国国家标准

GB/T 5832.4—2020

气体分析 微量水分的测定 第4部分：石英晶体振荡法

Gas analysis—Determination of moisture—
Part 4: The method of quartz crystal oscillation

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 5832《气体分析 微量水分的测定》分为多个部分,目前暂分为4部分:

- 第1部分:电解法;
- 第2部分:露点法;
- 第3部分:光腔衰荡光谱法;
- 第4部分:石英晶体振荡法。

本部分为GB/T 5832的第4部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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:福州市产品质量检验所、中国测试技术研究院化学研究所、云南省计量测试技术研究院、西南化工研究设计院有限公司、中国环境监测总站、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、中国石油化工股份有限公司天然气分公司计量研究中心、重庆市生态环境监测中心、重庆市计量质量检测研究院、湖南省计量检测研究院、密析尔仪表(上海)有限公司、西安鼎研科技股份有限公司。

本部分主要起草人:李黎榕、潘义、张绍旺、周鹏云、杨婧、周理、陈雅丽、王维康、张雯、阮俊、滕曼、蔡黎、裴全斌、渠巍、张雯、徐阳、朱翔、任昀、陈军、石兆奇、任磊、熊华竞。



气体分析 微量水分的测定

第4部分：石英晶体振荡法

1 范围

GB/T 5832 的本部分规定了采用石英晶体振荡法测定气体中微量水分的方法原理、仪器要求、测定步骤、结果处理和试验报告。

本部分适用于氢、氧、氮、氦、氖、氩、氪、氙、六氟化硫、一氧化碳、氧化亚氮、空气等气体及其混合气体中微量水分的测定，不适用于对石英晶体有腐蚀的气体以及能与水分发生反应的气体。测定范围： 0.1×10^{-6} （体积分数）～ $2\,000 \times 10^{-6}$ （体积分数）。

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 3723 工业用化学产品采样安全通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石英晶体微天平 quartz crystal microbalance; QCM

利用石英晶体的压电特性制成的谐振式质量传感器，当传感器加有电压时，会产生一个频率非常稳定的振动。

3.2

代表性样品 representative sample

一种与被采气体有相同组成且被认为是完全均匀的样品。

4 方法原理

石英晶体微天平(QCM)在气相中使用的基本原理和依据是 Sauerbrey 方程，当外部附着物均匀分布在石英晶体表面，且吸附物质的质量远小于石英晶体的质量时，质量与频率之间的变化成正比关系。测定气体中微量水分时，石英晶体的表面涂覆有吸湿性的涂层，当样品气通入置有 QCM 的测量腔室时，石英晶体表面的涂层吸湿，石英晶体表面的质量改变使石英晶体的固有振荡频率发生改变，且振荡频率随涂层吸收水含量的变化而成比例地改变。

Sauerbrey 方程见式(1)：

$$\Delta f = -c_f \Delta m \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Δf ——频率变化值；

c_f ——质量灵敏度系数；

Δm ——石英晶体表面涂层吸附水分的质量。

5 仪器要求

- 5.1 仪器的测定量程应与待测气体中水分的含量相适应。
- 5.2 仪器气路系统应无死体积或应尽量减少死体积。
- 5.3 仪器应具有调节进气压力和流量的装置。
- 5.4 仪器的测量腔室应能准确控制恒温状态,温度波动应能控制在 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.5 仪器的石英晶体表面涂层应不因受力而变形。
- 5.6 应定期对仪器进行校准,建议与其他计量检定合格并在检定有效期内的仪器采用比较法进行校准。

6 测定步骤

6.1 测定前的准备

在测定前,应做好下列准备:

- 检查并确认样品气中无粉尘、油污,必要时可增加除尘除油的前处理装置;
- 检查并确认采样管和采样阀清洁、干燥;
- 检查并确认仪器气路系统密闭无泄漏;
- 必要时应对采样系统、仪器气路系统和干燥筒进行清洁、干燥处理。

6.2 采样

- 6.2.1 采样中的安全事项应符合 GB/T 3723 中的规定。
- 6.2.2 应使用无死体积或死体积很小的采样阀。
- 6.2.3 采样管线应采用不锈钢管,测定低水含量的样品气时,推荐采用内抛光的不锈钢管。
- 6.2.4 在满足仪器使用要求的前提下,应使用尽可能短、管径尽可能小的连接管线将样品气直接引入仪器,接头应无渗漏、无死体积。
- 6.2.5 采样管路连接完成后应进行气密性检测,以保证采样系统无泄漏,并用样品气充分吹扫置换采样系统和仪器气路系统,直至取得具有代表性样品气。
- 6.2.6 气态气体样品应经减压阀减压后引入仪器,液化气体样品应经气化后引入仪器。

6.3 测定

- 6.3.1 按仪器说明书要求调节样品气或干燥气压力和流量,开启仪器。
- 6.3.2 样品气和干燥气的压力和流量应一致。
- 6.3.3 用待测样品气充分吹扫采样系统和仪器气路系统。
- 6.3.4 按仪器说明书设定仪器的各项参数,将仪器设定为测量状态,测定待测样品气。
- 6.3.5 当仪器读数稳定时,读取水分含量值(体积分数)。

7 结果处理

当仪器示值稳定时,读取水分含量值(体积分数),至少连续读取两次读数,当读数不再呈现方向性变化趋势且偏差不超过表 1 规定时,取其算术平均值作为最终分析结果。

表 1 偏差要求

水分含量范围(体积分数)	偏差
$0.1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-6}$	$\pm 0.1 \times 10^{-6}$ (体积分数)
$> 1 \times 10^{-6} \sim 10 \times 10^{-6}$	$\pm 10\%$ (相对偏差)
$> 10 \times 10^{-6} \sim 2000 \times 10^{-6}$	$\pm 5\%$ (相对偏差)

8 试验报告

报告至少应包括下列内容：

- 测定日期、环境温度、大气压；
 - 有关样品气的全部信息，包括样品气名称、样品气编号、采样地点、样品气压力、样品气的状态、采样日期和时间等；
 - 测定依据；
 - 分析的操作参数；
 - 测定结果；
 - 测定时观察到的任何异常现象及说明；
 - 分析员姓名和审核员姓名等。
-