

ICS 71.120;25.040.40;17.040.30

G 97

备案号:37907—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4376—2012

化工用在线激光微量水分分析仪

On line laser trace moisture analyzer for chemical industry

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 给出的规则起草。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由化学工业专用仪器仪表标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：聚光科技(杭州)股份有限公司、天华化工机械及自动化研究设计院。

本标准主要起草人：黄伟、俞大海、顾海涛、王森、王欣媛、曾文秀。

化工用在线激光微量水分析仪

1 范围

本标准规定了化工用在线激光微量水分析仪的术语和定义、要求、试验条件、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于化工行业使用可调谐半导体激光吸收光谱技术测量气体中微量水浓度的在线激光微量水分析仪(以下简称分析仪器)。

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,仅所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 3836.1 爆炸性环境 第1部分:设备 通用要求
- GB 3836.2 爆炸性环境 第2部分:由隔爆外壳“d”保护的设备
- GB 3836.5 爆炸性环境用防爆电气设备 第5部分 正压外壳型“p”
- GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求
- GB 7247.1 激光产品的安全 第1部分:设备分类、要求和用户指南
- GB/T 11606 分析仪器环境试验方法
- GB/T 13384 机电产品包装通用技术条件
- GB/T 17626.2 电磁兼容 试验和测量技术 静电放电抗扰度试验
- GB/T 17626.3 电磁兼容 试验和测量技术 射频电磁场辐射抗扰度试验
- GB/T 17626.4 电磁兼容 试验和测量技术 电快速瞬变脉冲群抗扰度试验
- GB/T 17626.5 电磁兼容 试验和测量技术 浪涌(冲击)抗扰度试验
- GB/T 18268.1 测量、控制和实验室用的电设备 电磁兼容性要求 第1部分:通用要求
- GB/T 18403.1 气体分析器性能表示 第1部分:总则
- GB/T 25476 可调谐激光气体分析仪
- GJB/T 150.9 军用设备环境试验方法 湿热试验
- GJB/T 150.10 军用设备环境试验方法 霉菌试验
- GJB/T 150.11 军用设备环境试验方法 盐雾试验

3 术语和定义

GB/T 18403.1 定义的术语以及下列术语及定义适用于本文件。

3.1

微量水浓度 moisture concentration

气体中微量水分所占摩尔百万分比,其浓度范围一般小于 1000 $\mu\text{mol/mol}$ 。

3.2

在线激光微量水分析仪 on line laser trace moisture analyzer

直接与工艺介质相连,连续取样并自动分析的采用可调谐激光吸收光谱测量技术的微量水分分析仪器。

4 要求

4.1 工作条件

仪器在表 1 规定的工作条件下应能正常工作。

表 1 工作条件

序号	影响因素	单位	正常工作条件
1	环境温度	℃	5~40
2	相对湿度	%	≤90
3	大气压力	kPa	70.0~106.0
4	阳光辐射	—	无直接照射
5	空气流速	m/s	0~0.5
6	外界电场、磁场、电磁场	—	按制造商规定
7	工作位置	—	按制造商规定
8	通风	—	按制造商规定
9	机械振动	—	按制造商规定
10	有害性气体	—	按制造商规定
11	电源电压	V	(额定电压)220±2.2

4.2 外观要求

- 4.2.1 仪器应保持清洁,不得有污物积垢。
- 4.2.2 仪器表面应光洁平整,不得有锈蚀现象。
- 4.2.3 仪器零件结合处应整齐,无毛刺、锐棱和粗糙不平现象,刚性连接部件不得松动。
- 4.2.4 仪器铭牌及标志应完整、清楚、持久。

4.3 防腐蚀要求

仪器应适应化工行业的腐蚀性环境,采用耐腐蚀材料、正压通风等措施使仪器不被腐蚀。

4.4 防爆要求

仪器应达到所标称防爆级别的性能要求,符合 GB 3836 系列标准的规定。

4.5 输出接口和输出信号

仪器应具备相应的信号输出接口,信号输出应包括模拟量[(4~20) mA、(1~5) V],并能根据使用要求提供通用的通信接口。

4.6 性能要求

4.6.1 线性误差

仪器的线性误差应不大于±2 %F. S。

4.6.2 零点漂移和量程漂移

仪器连续运行规定的时间间隔,其零点漂移量和量程漂移量应不超过±2 % F. S。
运行时间间隔应为 7 d。

4.6.3 重复性

仪器的重复性误差应不大于 1 %。

4.6.4 输出波动

在规定时间内,仪器输出信号的波动应不超过线性误差的三分之一。

4.6.5 预热时间

预热时间应不大于 30 min。

4.6.6 响应时间 T_{90}

仪器的响应时间 T_{90} (从被测特性值发生阶跃变化的瞬间起,到示值变化通过且保持在超过其稳态

振幅值之差的 90 %所经过的时间)可在下列时间中选取:

30 s、60 s、120 s、180 s。

4.6.7 干扰误差

凡是被测气体中存在不低于仪器检测限的干扰组分,均应按用户要求或双方协议分别测定其干扰误差。

4.7 影响量

4.7.1 环境温度变化影响

环境温度在 5℃~40℃ 范围内变化对测量值的影响应不大于 4.6.1 所标称的线性误差。

4.7.2 振动影响

仪器在进行振动试验的过程中,仪器的测量结果应符合 4.6.1 的规定,并且不得有机械损坏。

4.8 电磁兼容要求

仪器的静电放电抗扰度、射频电磁场辐射抗扰度、电快速瞬变脉冲群抗扰度、浪涌(冲击)抗扰度及电压暂降、短时中断和电压变化的抗扰度应满足 GB/T 18268.1 的要求。

4.9 安全要求

4.9.1 标志和文件

标志和文件应符合 GB 4793.1—2007 中第 5 章的有关规定。

4.9.2 防电击要求

4.9.2.1 接触电流

由交流电网供电的仪器,其接触电流应符合 GB 4793.1—2007 中 6.3 的有关规定。

4.9.2.2 保护接地

由交流电网供电的仪器,其保护接地应符合 GB 4793.1—2007 中 6.5.1 的有关规定。

4.9.2.3 绝缘强度

由交流电网供电的仪器,在电源输入端与可触及导电零部件之间施加规定的 1 500 V 的试验电压,历时 1 min,不应出现击穿或重复飞弧现象。

4.9.3 激光安全

为了避免制造商和用户使⤵器过程中引起人员的伤害,制造商在制造时和提供的用户指南要符合 GB 7247.1 有关规定,说明激光安全等级、相关警示标识和使用注意事项。

5 试验条件

5.1 除非另有规定,第 6 章试验方法中的 6.5 电磁兼容试验应在参比试验条件下进行;其他试验在仪器的工作条件下进行。仪器的参比试验条件见表 2。

表 2 参比试验条件

序号	影响量	单位	参比试验条件
1	环境温度	℃	23±5
2	相对湿度	%	45~75
3	大气压力	kPa	86.0~106.0
4	阳光辐射	—	无直接照射
5	空气流速	m/s	0~0.2
6	外界电场、磁场、电磁场	—	可以忽略不计的含量
7	工作位置	—	正常工作位置±1°
8	通风	—	无阻碍,但不得对流
9	机械振动	—	可忽略不计
10	有害性气体	—	可以忽略不计的含量
11	电源电压	V	220±2.2

5.2 零点校准气为含水量低于 1 μmol/mol 的干燥氮气。

6 试验方法

6.1 防腐蚀性能

防腐蚀性能中湿热试验按 GJB 150.9 的规定进行,霉菌试验按 GJB 150.10 的规定进行,盐雾试验按 GJB 150.11 的规定进行。

6.2 防爆性能

防爆性能按 GB 3836 系列标准的规定进行检验。

6.3 性能试验

6.3.1 线性误差

启动仪器,按规定时间预热后,通入零点校准气,使用微量水分标准发生器(参见附录 A)产生读数接近满刻度的试验用混合气以及至少两种中间浓度的试验用混合气,其浓度尽量均匀分布在仪器的测量范围内,重复上述步骤至少 6 次,记录仪器的示值。求出相应的示值平均值及其与校准气标称值的差值 ΔA,按式(1)计算 δ_l。取绝对值最大者为仪器的线性误差。

$$\delta_l = \frac{\Delta A}{R} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:
R——仪器满量程值(以下值同义)。

6.3.2 零点漂移和量程漂移

启动仪器,按规定时间预热后,通入零点校准气,指示调到量程的 5 %与测量下限之和处(以下简称规定处),稳定后,记录仪器的示值。通入规定浓度(一般为满量程 60 %~90 %的标准气体,下同)的校准气,记录稳定后的仪器的示值(至少 6 次,在试验周期内近似均匀分布)。分别记录零点值为 Z_i和终点值 E_i(i=1,2,⋯,n;n≥6)。计算差值 ΔZ_i=(Z_i-Z₁)及 ΔE_i=(E_i-Z_i)-(E₁-Z₁),取绝对值最大的为 ΔZ_{max}、ΔE_{max}。

零点漂移量(δ₀)按式(2)计算。

$$\delta_0 = \frac{\Delta Z_{max}}{R} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

R ——仪器满量程值(以下值同义)。
量程漂移量(δ_s)按式(3)计算。

$$\delta_s = \frac{\Delta E_{\max}}{R} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

注:如果大气压力变化对仪器指示值的影响不可忽略,应记录大气压力值,以便对测量结果进行修正。 Z_i 、 E_i 值应为受压力影响的修正值。

6.3.3 下列试验项目依据 GB/T 18403.1 实施:

- a) 重复性;
- b) 输出波动;
- c) 预热时间;
- d) 响应时间。

6.4 影响量

影响量试验方法依据 GB/T 25476 实施。

6.5 电磁兼容性

- 6.5.1 静电放电抗扰度试验的试验方法按 GB/T 17626.2 实施。
- 6.5.2 射频电磁场辐射抗扰度试验的试验方法按 GB/T 17626.3 实施。
- 6.5.3 电快速瞬变脉冲群抗扰度试验的试验方法按 GB/T 17626.4 实施。
- 6.5.4 浪涌(冲击)抗扰度试验的试验方法按 GB/T 17626.5 实施。

6.6 安全要求

6.6.1 防电击试验

6.6.1.1 接触电流

接触电流按 GB 4793.1 的有关规定进行试验。

6.6.1.2 保护接地

保护接地按 GB 4793.1 附录 F 的有关规定进行试验。

6.6.1.3 绝缘强度

用耐电压测试仪,在一端为连接在一起的电源线插头的相线和中线,另一端为连接在一起的所有可触及导电零部件之间,在 5 s 内升至规定的试验电压值 1 500 V,并保持 1 min。电源线与可接触导电件间的抗干扰电容不应开路;若这些电容不能用于试验,则可以用一个数值为交流电压 1.4 倍的直流电压试验。

6.6.2 激光安全

激光安全按 GB 7247.1 的有关规定进行试验。

7 检验规则

7.1 检验分类

仪器检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

每台仪器须经制造厂检验,所检验的项目全部达到产品标准要求后方可出厂,并附有产品合格证、使用说明书及装箱单。

7.3 型式检验

在下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 仪器设计定型或生产定型时;
- b) 仪器转厂或转移生产地时;
- c) 仪器正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响仪器性能时;

- d) 仪器长期停产,恢复生产时;
- e) 仪器正常生产时,定期或积累一定产量后,应周期进行一次检验,一般为3年;
- f) 国家各级质量监督检验要求时;
- g) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 仪器的标志

仪器在适当的明显位置固定铭牌,其上应有如下内容:

- a) 制造商名称、地址;
- b) 仪器名称、型号、规格;
- c) 制造日期;
- d) 产品编号;
- e) 电源电压、电源频率;
- f) 必须标识的重要标志;
- g) 执行标准。

8.2 包装

仪器包装应符合 GB/T 13384 中防潮、防震包装规定。

8.3 运输和贮存

仪器的运输、贮存要求参照 GB/T 11606 的有关规定。

附录 A
(资料性附录)

硫酸饱和和水分压法配制微量水标准气装置

硫酸饱和和水分压法是制备一般性气体中痕量水分标准样品的常规方法。当硫酸浓度确定后,与其平衡的水蒸气压力符合克拉-克莱修斯关系式:

$$\lg p = A - \frac{B}{T} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中, p 是硫酸温度为 $T(K)$ 时的水蒸气分压值 (mmHg, 760 mmHg = 0.101 MPa), 系数 $B = \frac{L}{2.303R}$, R 为气体常数, L 为硫酸中水的摩尔蒸发潜热, 随硫酸的浓度和温度而变化, A 、 B 既可从一般的分析手册中查到, 也可以用经验公式表示:

$$A = 22.9316 - 10.51c \dots\dots\dots (A.2)$$

$$B = 2.458 + 466.7c \dots\dots\dots (A.3)$$

式中, c 是硫酸的质量分数。后者可以用比重法测得。这样一旦硫酸的浓度和温度确定了, 其饱和水分压也就知道了。

硫酸鼓泡器如图 A.1 所示。

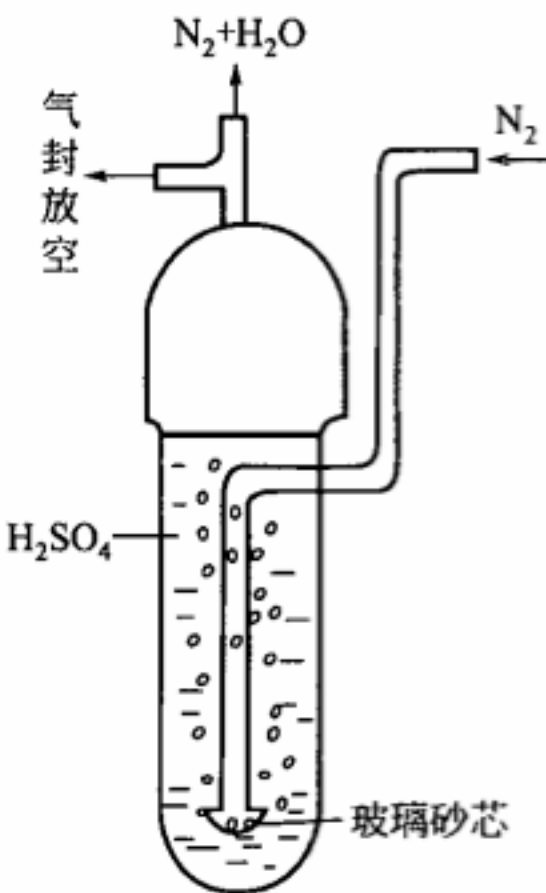


图 A.1 硫酸鼓泡器示意图

进气口为分析样品的底气入口, 例如要制取高纯氮中痕量水时, 进气口的气体为高纯氮气。当氮气流量在 20 mL/min~200 mL/min 范围内, N_2 含水量基本平衡。

根据气体分压定律, 通过鼓泡器的气体中水分值仅是硫酸浓度和温度的函数, 不受气体种类的限制。如在同样条件下通入 H_2 或 H_2S 气体, 其含水量与测定结果是一致的。

在附表 A.1 中给出了 760 mmHg (0.101 MPa) 时不同硫酸浓度和温度通过鼓泡器的气体中含水值。

附表 A.1 通过硫酸鼓泡器的气体中含水值(10⁻⁶)

温度 /℃	H ₂ SO ₄ /%																		
	75.0	76.0	77.0	78.0	79.0	80.0	81.0	82.0	83.0	84.0	85.0	86.0	87.0	88.0	89.0	90.0	91.0	92.0	93.0
0	76.4	57.1	43.6	32.8	24.69	18.74	14.11	10.62	8.06	6.06	4.56	3.46	2.61	1.96	1.49	1.12	0.844	0.641	0.482
1	83.3	62.6	47.5	35.8	26.94	20.45	15.39	11.59	8.80	6.62	4.98	3.79	2.85	2.14	1.63	1.22	0.922	0.701	0.527
2	90.8	68.2	51.8	39.0	29.37	22.30	16.79	12.64	9.59	7.22	5.44	4.13	3.11	2.34	1.78	1.34	1.006	0.765	0.576
3	98.8	74.3	56.4	42.5	32.0	24.3	18.29	13.77	10.46	7.88	5.93	4.50	3.39	2.55	1.94	1.46	1.098	0.835	0.629
4	107.5	80.8	61.4	46.2	34.84	26.46	19.92	15.01	11.39	8.58	6.46	4.91	3.70	2.79	2.11	1.59	1.20	0.911	0.686
5	116.9	87.9	66.8	50.3	37.91	28.79	21.69	16.34	12.41	9.35	7.04	5.35	4.03	3.03	2.30	1.73	1.31	0.992	0.747
6	127.1	95.6	72.6	54.7	41.24	31.30	23.59	17.77	13.50	10.17	7.66	5.82	4.39	3.30	2.51	1.89	1.42	1.08	0.814
7	138.1	103.8	78.9	59.5	44.82	34.05	26.65	19.33	14.68	11.06	8.34	6.33	4.77	3.60	2.73	2.05	1.55	1.18	0.886
8	149.9	112.7	85.7	64.6	48.68	36.97	27.87	21.00	15.95	12.03	9.06	6.89	5.19	3.91	2.97	2.24	1.69	1.28	0.965
9	162.7	122.3	93.0	70.1	52.86	40.16	30.27	22.81	17.33	13.06	9.85	7.48	5.64	4.25	3.27	2.43	1.84	1.39	1.05
10	176.4	132.7	100.9	76.0	57.34	43.58	32.85	24.76	18.81	14.18	10.70	8.13	6.12	4.61	3.51	2.64	1.99	1.52	1.14
11	191.2	143.8	109.3	82.4	62.19	47.26	35.63	26.86	20.41	15.39	11.60	8.81	6.64	5.01	3.81	2.87	2.17	1.65	1.24
12	207.1	155.8	118.5	89.3	67.39	51.23	38.62	29.12	22.13	16.69	12.57	9.55	7.21	5.43	4.13	3.12	2.35	1.78	1.35
13	224.2	168.7	128.3	96.8	72.99	55.49	41.34	31.55	23.98	18.09	13.64	10.37	7.82	5.90	4.49	3.38	2.55	1.94	1.46
14	242.6	182.6	138.8	104.7	79.01	60.01	45.31	34.17	25.98	19.57	14.78	11.23	8.47	6.39	4.86	3.66	2.77	2.10	1.58
15	262.3	197.4	150.2	113.3	85.48	65.00	49.03	36.98	28.12	21.21	16.00	12.16	9.18	6.92	5.26	3.97	3.00	2.28	1.72
16	283.5	213.4	162.3	122.5	92.45	70.3	53.04	40.01	30.42	22.95	17.31	13.17	9.93	7.49	5.70	4.30	3.24	2.47	1.86
17	306.2	230.6	175.4	132.4	99.90	75.98	57.33	43.25	32.9	24.82	18.73	14.24	10.74	8.11	6.17	4.65	3.51	2.67	2.01
18	330.6	248.9	189.4	143.0	107.9	82.09	61.94	46.74	35.55	26.83	20.24	15.40	11.62	8.77	6.67	5.03	3.80	2.89	2.18
19	356.7	268.8	204.4	154.3	116.5	88.63	66.89	50.48	38.40	28.98	21.87	16.64	12.56	9.48	7.21	5.44	4.11	3.12	2.36

附表 A. 1(续) 通过硫酸鼓泡器的气体中含水值(10⁻⁶)

温度 /℃	H ₂ SO ₄ /%																		
	75.0	76.0	77.0	78.0	79.0	80.0	81.0	82.0	83.0	84.0	85.0	86.0	87.0	88.0	89.0	90.0	91.0	92.0	93.0
20	334.7	289.8	220.5	166.5	125.7	98.47	72.19	54.50	41.46	31.29	23.62	17.97	13.56	10.24	7.79	5.89	4.44	3.38	2.55
21	414.7	312.4	237.8	179.5	135.6	103.15	77.87	58.79	44.73	33.77	25.49	19.39	14.64	11.05	8.41	6.35	4.79	3.65	2.75
22	446.8	336.7	256.2	193.5	146.2	111.22	83.96	63.40	48.24	36.42	27.5	20.93	15.80	11.93	9.03	6.85	5.17	3.94	2.97
23	481.2	362.6	276.0	203.5	157.5	119.3	90.46	68.33	52.00	39.26	29.65	22.56	17.04	12.86	9.79	7.39	5.58	4.25	3.21
24	517.9	390.3	297.1	224.4	169.6	129.1	97.47	73.60	56.03	42.30	31.95	24.32	18.36	13.87	10.56	7.97	6.02	4.58	3.46
25	557.1	419.9	319.7	241.5	182.5	138.9	104.9	79.25	60.32	45.56	34.42	26.19	19.79	14.94	11.38	8.59	6.49	4.94	3.73
26	599	451.6	343.9	259.8	196.4	149.5	112.9	85.29	64.92	49.04	37.05	28.20	21.31	16.09	12.25	9.26	6.99	5.32	4.02
27	643.8	485.4	369.6	279.3	211.1	160.7	121.4	91.75	69.85	52.77	39.86	30.35	22.93	17.33	13.19	9.97	7.58	5.73	4.38
28	691.6	521.5	397.2	300.2	226.9	172.8	130.6	98.65	75.11	56.75	42.88	32.65	24.67	18.64	14.19	10.72	8.10	6.17	4.66
29	742.6	560.0	426.6	322.4	243.8	185.6	140.3	106.0	80.72	60.99	46.10	35.10	26.53	20.04	15.26	11.53	8.72	6.64	5.02
30	797.0	601.1	457.9	346.1	261.7	199.3	150.7	113.9	86.71	65.54	49.53	37.72	28.51	21.55	16.41	12.40	9.37	7.14	5.39
31	854.9	644.9	491.3	371.4	280.9	213.9	162.8	122.2	93.09	70.37	53.20	40.51	30.62	23.15	17.63	13.33	10.07	7.67	5.80
32	916.7	691.6	526.9	398.4	301.3	229.5	173.5	131.2	99.90	75.52	57.09	43.49	32.88	24.85	18.93	14.31	10.82	8.24	6.23
33	982.5	741.3	564.8	427.1	323.1	246.1	186.1	140.7	107.2	81.04	61.26	46.68	35.28	26.68	20.32	15.37	11.62	8.85	6.69
34	1052.4	794.2	605.2	457.2	346.2	263.8	199.5	150.8	114.9	86.89	65.70	50.06	37.85	28.62	21.81	16.49	12.47	9.50	7.18
35	1206.1	850.5	648.2	490.3	370.9	282.6	213.7	161.7	123.2	93.15	69.12	53.66	40.59	30.70	23.39	17.68	13.37	10.19	7.71
36	1290.3	910.4	693.9	524.9	397.2	302.7	228.9	173.1	131.9	99.79	75.47	57.52	43.50	32.90	25.07	18.96	14.34	10.93	8.27
37	1379.8	974.1	742.5	561.8	425.1	324.0	245.1	185.4	141.3	106.9	80.71	61.60	46.60	35.25	26.87	20.32	15.37	11.71	8.86
38	1474.9	1042	794.2	600.9	454.9	346.6	262.2	198.4	151.2	114.4	86.53	65.95	49.90	37.75	28.77	21.77	16.47	12.55	9.49
39	1474.9	1114	849.1	642.6	486.4	370.8	280.5	212.2	161.8	122.4	92.62	70.58	53.41	40.41	30.80	22.30	17.63	13.44	10.17
40	1575.9	1190	907.4	686.8	520.0	396.4	299.9	226.9	173.0	130.9	99.06	75.51	57.13	43.24	32.96	24.94	18.87	14.39	10.89

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
化 工 用 在 线 激 光 微 量 水 分 析 仪

HG/T 4376—2012

出版发行：化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数23千字

2013年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1314

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换

定价：12.00元

版权所有 违者必