热导式气体分析仪校准规范 编制说明

规范起草小组 2024 年 09 月

热导式气体分析仪校准规范编制说明

一、 任务来源

热导式气体分析仪校准规范制定任务由全国环境化学计量技术委员会下达。根据环化委(2024)027号《关于落实 2024年国家计量技术规范制定、修订计划的函》,由上海市计量测试技术研究院、中国测试技术研究院、广州计量测试研究院等单位共同承担制定工作。

二、目的意义

热导式氢分析仪、氦分析仪、氩分析仪等主要用于分析、监测生产过程中氢、氦、氩等气体的纯度或混合气体中氢气、氩气、氦气的浓度,广泛应用于化学、冶金、电力工业、环境监测等部门。它可为合理使用能源提供依据,也可为安全防护、环境监测提供可靠的数据,同时保证企业安全、稳定、高效生产。

现行的国家计量检定规程 JJG 663—1990《热导式氢分析器》自实施以来已有 34 年,只适用于氢分析器,且热导式氢分析器已从《实施强制管理的计量器具目录》中删除,目前常采用热导式原理进行气体分析的仪器还有氦气分析仪和氩气分析仪。热导式气体分析仪的工作原理是基于不同气体具有不同的导热率及混合气体的导热率随其组分含量变化而不同这一物理特性,通过测定混合气体的导热率,从而确定混合气体中的气体含量。常用气体在20°C相对(空气)热导率,氢气为 6.600,氦气为 5.819,氩气为 0.695,氢气和氦气具备较高的热导性,或某些气体组分(如氩气)同其它组分的热导率差别显著的话,通常适合采用热导原理进行分析。只要被检测气体和参比气体的热导率差异足够大,也可对丁烷和丙烷,以及氩气、二氧化碳、氦气、氦气、二氧化硫、氯气、氨气等气体进行测定。

随着科技的发展,仪器制造水平日益提高,在质量和性能上都有所提高, 检定规程 JJG 663—1990 中对预热时间、噪声和检定用设备的要求与现有仪器 已不相适应,由于氢气、氦气、氩气事关安全生产和安全防护,其量值的准确 性极为重要;迄今,国内尚无与热导式氢、氦、氩气等分析仪量值溯源的相适应的计量技术规范,无法对该类仪器的量值溯源提供科学合理的技术依据,无法保证该类仪器量值溯源的准确性,制定相应的技术规范,具有必要性和迫切性,所以制定《热导式气体分析仪校准规范》,来替代现行的国家计量检定规程 JJG 663—1990《热导式氢分析器》,符合科技发展和社会的需要,也能进一步推动我国计量技术水平的发展,使热导式气体分析仪的量值溯源与量值传递有章可循,有法可依。

三、编写依据

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义
JJF 1071—2010 国家计量校准规范编写规则
JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示
JB/T 6207—1992 氢分析器技术条件
JJG 663—1990 热导式氢分析器

四、制定内容说明

1、相关标准情况

未检索到热导式气体分析仪的相关国际标准或国际建议。

2、测量范围

目前热导式氢气体分析仪的测量范围主要有 $(0\sim1)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim10)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim20)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim30)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim50)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim75)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim80)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim100)\times10^{-2}$ mol/mol; 热导式氩气体分析仪的测量范围主要有 $(0\sim15)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim20)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim80)\times10^{-2}$ mol/mol, $(90\sim100)\times10^{-2}$ mol/mol; 热导式氦气体分析仪的测量范围主要有 $(0\sim50)\times10^{-2}$ mol/mol, $(0\sim100)\times10^{-2}$ mol/mol, 故本规范适用于浓度测量范围最小 $(0\sim1)\times10^{-2}$ mol/mol 至最大 $(0\sim100)\times10^{-2}$ mol/mol 的热导式氢气分析仪、氦气分析仪、氩气分析仪的校准。

- 3、 计量特性
- 3.1 示值误差

3.1.1 查阅相关资料,从不同厂家、不同型号的仪器使用说明书中了解到仪器的主要性能指标见表 1。

表 1 仪器的主要性能指标

				1		ı
生产厂家	气体种类 型号	测量范围 ×10 ⁻² mol/mol	示值误差	响应时间	重复性	漂移
1.00	H ₂ AO2020	0~10 0~100	±1%FS	≪3 s	≤0.5%	±1%FS/周
ABB	H ₂ Caldos25	0~10 35~75 75~100	±3%FS	≤25 s	≤0.5%	±1%FS/周
英盛仪器	H ₂ EN610	0~1 0~10 90~100 95~100	±2%FS	≤30 s	≤1%	±1%FS/4 h
富士机电	H ₂ ZAF	$0\sim50$ $0\sim75$ $0\sim100$	±2%FS	≤60 s	€1%	±2%FS/周
河南日立信	H ₂ RA601H (][)	0~100 90~100	±2%FS	≤45 s	/	/
河南日立信	H ₂ TCM101-H ₂ -10 6	0~100	±0.1%FS	≤21 s (500mL/m in)	0.2%	/
西安诺科仪器	H ₂ , Ar, He NK-200Ex	80~100 90~100 0~100	±2%FS	≤30 s	≤1%	±1%FS/周
西安诺科仪器	H ₂ , Ar、He NK-200B NK-201A (便携)	80~100 90~100 0~100	±1%FS	≤15 s	≤0.5%	±0.5%FS/ 周
SIEMENS	H ₂ . Ar CALOMAT6	H_2 : $0\sim 1$ $0\sim 100$ Ar: $0\sim 15$ $80\sim 100$	±1%FS	≤5 s	≤1%	±1%FS/周
ABB	Ar Caldos27	0~15 80~100 0~100	±2.0%FS	≤30 s	≤1%	±1%FS/周
TELEDYNE	H ₂ 、Ar 2000A 2000B 2020	H_2 : $0{\sim}10$ $0{\sim}100$ Ar: $0{\sim}20$ $80{\sim}100$	±1%FS	≤50 s	≤1%	±1%FS/周

英盛仪器	Ar、He EN600	Ar: $0\sim15$ $80\sim100$ He: $0\sim10$ $0\sim30$	±2%FS	≤30 s	≤1%	±1%FS/4 h
西安诺科	Ar NK-210B	0~100	±2%FS	15 s	1%	/

3.1.2 试验数据汇总情况见表 2

表 2 试验数据汇总表

厂家、型号	测量范围 ×10 ⁻² mol/mol	示值误差 ×10 ⁻² mol/mol	重复性	响应时间 s	零点漂移 %FS	量程漂移 %FS	气密性 %
氢分析仪/ABB /caldos25	0~100	0.66	0.12	17.7	0.00	0.10	/
氢分析仪/英盛 /EN610	50~80	0.14	0.13	14.7	0.06	0.37	0.1
氢分析仪/英盛 /EN610	0~10	-0.81	0.05	11.7	0.01	0.06	0.4
氢分析仪/英盛 /EN610	90~100	-0.68	0.005	15.3	0.09	0.15	0.1
氩分析仪/英盛/ EN600	0~15	0.60	0.30	12.3	0.01	0.27	0
氩分析仪/英盛/ EN600	80~100	0.60	0.14	21.7	0.01	0.60	0
氢分析仪 /HMP/H ₂ -M	0~100	-2.5	0.11	14.7	0.00	0.11	0.9
氦分析仪/英盛/ EN600	0~10	0.40	0.33	14.7	0.01	0.12	0

本规范的技术指标主要参考了JB/T 6207—1992《氢分析器技术条件》、JJG 663—1990《热导式氢分析器》,并依据仪器使用说明书、实验数据、在用仪器的实际情况及气体标准物质的不确定度,将示值误差分为三个级别,分别为±2%FS、±3%FS、±5%FS。

3.2 重复性

依据仪器使用说明书及实验数据,考虑了在用仪器的实际情况及JB/T

6207—1992《氢分析器技术条件》的技术要求,本规范的重复性定为不大于示值 误差的二分之一。

3.3 响应时间

JJG 663—1990《热导式氢分析器》规定非扩散型仪器响应时间不大于 30 s,扩散型仪器响应时间不大于 40 s。依据仪器说明书及实验数据,本规范定为正压输送式仪器响应时间不大于 30 s,扩散式仪器响应时间不大于 60 s。

3.4 气密性(仅限氢分析仪)

依据 JB/T 6207—1992《 氢分析器技术条件》的气路的密封性要求,本规范 定为仪器试验压力不低于 15 kPa, 15 min 内压力变化不大于试验压力的 2%。

3.5 漂移(仅限固定式仪器)

JB/T 6207—1992《 氢分析器技术条件》的零点漂移和量程漂移要求,在连续运行规定的时间间隔,均不大于基本误差。依据仪器使用说明书及实验数据,本规范规定固定式仪器连续运行 6 h,零点漂移和量程漂移不超过示值误差的二分之一。

4、环境条件

4.1 环境温湿度

依据仪器使用说明书中分析仪的使用温湿度及气体标准物质的最佳使用温度,规定环境温度为(5~40)℃,相对湿度不大于85%。

5、校准用计量器具及配套设备

5.1 气体标准物质

5.1.1 经查询,目前国家有证气体标准物质能满足要求,其浓度值及不确定度见表 4。

标准物质名称/编号		物质的量分数	相对扩展不确定度 k=2	研制单位	
Не	氮中氦(He-N ₂) GBW(E)062564	10.0×10 ⁻⁶ ~100×10 ⁻⁶ 101×10 ⁻⁶ ~90×10 ⁻²	$U_{ m rel}$ =2% $U_{ m rel}$ =1%	中国测试技术研究院	
	氮中氦(He-N ₂) GBW(E)062898	5.00×10 ⁻² ~10.0×10 ⁻²	$U_{ m rel}\!\!=\!\!2\%$	南京特种气体厂 股份有限公司	

表 4 气体标准物质浓度值及不确定度

	氩中氦(He-Ar) GBW(E)063454	0.100×10 ⁻² ~90.0×10 ⁻²	$U_{ m rel} = 1\%$	大连大特气体有限公司
	氩中氦(He-Ar) GBW(E)060252	50×10 ⁻² ~70×10 ⁻²	$U_{ m rel} = 1.5\%$	淄博安泽特种气体 有限公司
	高纯氦(He) GBW(E)063252	99.999×10 ⁻²	<i>U</i> =0.001%	中国计量科学研究院
	高纯氦(He) GBW(E)063188	99.999×10 ⁻²	U=0.001%	大连大特气体有限公司
	高纯氩(Ar) GBW(E)061073	99.9995×10 ⁻²	U=0.0004%	杭州新世纪混合气体 有限公司
	高纯氩(Ar) GBW(E)060705	99.999×10 ⁻²	U=0.001%	上海基量标准气体 有限公司
Ar	氦中氩(Ar-He) GBW(E)062416	1.00×10 ⁻² ~60.0×10 ⁻²	$U_{ m rel}\!\!=\!\!1\%$	杭州新世纪混合气体 有限公司
	氧中氩(Ar-O ₂) GBW(E)060638	13×10 ⁻² ~15×10 ⁻²	$U_{ m rel}\!\!=\!\!2\%$	成都成钢梅塞尔气体 产品有限公司
	氮中氢(H ₂ -N ₂) GBW(E)062595	0.100×10 ⁻² ~ 80.0×10 ⁻²	$U_{ m rel}\!\!=\!\!1\%$	大连大特气体有限公 司
H ₂	氮中氢(H ₂ -N ₂) GBW(E)062034	1.0×10 ⁻² ~50.0×10 ⁻²	$U_{ m rel} = 1.5\%$	上海海州特种气体 有限公司
	氮中氢(H ₂ -N ₂) GBW(E)063390	100×10 ⁻⁶ ~90.0×10 ⁻²	$U_{ m rel} = 1 \%$	四川中测标物科技 有限公司
	氮中氢(H ₂ -N ₂) GBW(E)060179	0.001×10 ⁻² ~0.8×10 ⁻²	$U_{ m rel}$ =1.5%	江苏省计量科学研究 院
	高纯氢 GBW(E)063190	99.999×10 ⁻²	U=0.001%	大连大特气体有限公司

五、总结

在本规范的制定过程中,起草小组依据相关标准、相关资料和实验数据,本着科学合理、易于操作和普遍适用的原则,制定完成了热导式气体分析仪校准规范。本规范制定以实际情况为出发点,体现科学性、合理性、实用性,努力使规范的计量特性、校准项目及校准方法与国家(行业)标准、技术规范相符合。