



中华人民共和国国家标准

GB/T 5832.1—2016
代替 GB/T 5832.1—2003

气体分析 微量水分的测定 第 1 部分：电解法

Gas analysis—Determination of moisture—Part 1: Electrolytic method

2016-12-13 发布

2017-07-01 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



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 3 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。

本部分为 GB/T 5832 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5832.1—2003《气体湿度的测定 第 1 部分:电解法》,与 GB/T 5832.1—2003 相比,除编辑性修改以外主要技术变化如下:

- 标准名称修改为《气体分析 微量水分的测定 第 1 部分:电解法》;
- 修改了测定范围(见第 1 章,2003 年版的第 1 章);
- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2003 年版的第 2 章);
- 删除了术语和定义(见 2003 年版的第 3 章);
- 修改了方法原理(见第 3 章,2003 年版的第 4 章);
- 修改了对仪器的要求(见第 4 章,2003 年版的第 5 章);
- 增加了对仪器校准的要求(见第 5 章);
- 修改了取样的要求(见 6.1,2003 年版的 6.1);
- 修改了测定步骤(见 6.2,2003 年版的 6.2);
- 修改了对精密度的要求(见第 7 章,2003 年版的第 7 章);
- 增加了对结果处理的要求(见第 8 章);
- 修改了注意事项(见第 9 章,2003 年版的第 8 章、第 9 章);
- 修改了试验报告(见第 10 章,2003 年版的第 10 章);
- 删除了附录 A(见 2003 年版的附录 A)。

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气体分析分技术委员会(SAC/TC 206/SC 1)归口。

本部分起草单位:西南化工研究设计院有限公司、北京华宇同方化工科技开发有限公司、天津联博化工股份有限公司、北京高麦克仪器科技有限公司、广东华特气体股份有限公司、四川中测标物科技有限公司、上海昶艾电子科技有限公司、西安鼎研科技有限责任公司、上海华爱色谱分析技术有限公司、大连大特气体有限公司、苏州金宏气体股份有限公司、中昊光明化工研究设计院有限公司、四川德胜集团钒钛有限公司。

本部分主要起草人:陈雅丽、江罗、薛定、傅铸红、杜汉盛、张雯、蒲友强、石兆奇、方华、华承贺、金向华、孙猛、常侠、李兵。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5832.1—1986、GB/T 5832.1—2003。

气体分析 微量水分的测定

第 1 部分：电解法

1 范围

GB/T 5832 的本部分规定了采用电解法测定气体中微量水分的方法,描述了方法原理,对仪器、仪器校准、测定事项、精密度、结果处理、试验报告等提出了要求。

本部分适用于氮、氦、氖、氩、氪、氙、二氧化碳以及其他不与五氧化二磷发生除吸湿以外的各种反应的气体中微量水分的测定,测定范围: $0.1 \times 10^{-6} \sim 1\,000 \times 10^{-6}$ (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

GB/T 5832.2 气体分析 微量水分的测定 第 2 部分:露点法

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3 方法原理

在电解池两电极间施加一直流电压,气体中的水分被池内吸湿剂五氧化二磷膜层吸收并被电解为氢和氧。已知环境温度、环境压力和样品气流量,根据法拉第电解定律和气体定律可推导出水的电解电流与气样中水分含量之间的关系见式(1):

$$I = \frac{Q \times p \times T_0 \times F \times U \times 10^{-4}}{3p_0 \times T \times V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- I —— 水的电解电流,单位为微安(μA);
- Q —— 样品气流量,单位为毫升每分(mL/min);
- p —— 环境压力,单位为帕(Pa);
- T_0 —— 标准状态下的环境温度,273.15 K;
- F —— 法拉第常数,96 485.338 3 C/mol;
- U —— 样品气的水分含量(体积分数), $\times 10^{-6}$;
- p_0 —— 标准状态下的环境压力,101 325 Pa;
- T —— 环境的绝对温度,单位为开(K);
- V_0 —— 标准状态下样品气的摩尔体积,单位为升每摩尔(L/mol)。

由式(1)可见,电解电流的大小正比于气体中水分含量。设在标准大气压和 20 ℃条件下,一理想气体以 100 mL/min 的流量流经电解池,当样品气的水分含量(体积分数)为 1×10^{-6} 时,由式(1)计算出水的电解电流为 13.4 μA 。

4 仪器要求

- 4.1 应有调节测试流量、旁通气流量的装置。
- 4.2 仪器的测量量程应与被测气体中水分的含量相适应。
- 4.3 仪器的检测限应与待测水分含量相适应。
- 4.4 仪器应经计量检定合格并在检定有效期内。

5 仪器校准

- 5.1 应定期对仪器进行校准。
- 5.2 当出现以下任何一种情况时,应对仪器进行校准:
 - 更换、维修、清洗电解池或电解池的电极、五氧化二磷膜层等关键元件后;
 - 对仪器响应值有任何怀疑时;
 - 仪器使用说明书中的特别规定等。
- 5.3 电解池的性能检查及相应的处理方法按仪器说明书进行。
- 5.4 建议与其他计量检定合格的仪器采用比较法进行校准。

6 测定

6.1 取样

6.1.1 试样预处理

- 6.1.1.1 当采集的样品气处于高温、低温,或呈液态,或含有粉尘、油污时,在向分析仪器取样前,应先对样品气进行预处理,确保采集的样品气是清洁的,试样应完全呈气态,气体的温度应高于其沸点温度,应为常温或接近常温。
- 6.1.1.2 预处理应包括过滤、调节样品气温度等。
- 6.1.1.3 预处理的原则是应确保不改变试样的组成、不改变待测组分的含量。

6.1.2 取样设备

- 6.1.2.1 应使用无死体积或死体积小的取样阀。
- 6.1.2.2 取样管线应采用不锈钢管或聚四氟乙烯管,应尽可能短,管径应尽可能小。测定低含量的水含量时建议采用内抛光的不锈钢管。各接头应使用金属或聚四氟乙烯材质密封。
- 6.1.2.3 取样管路连接完成后应进行泄漏检测,以保证取样系统无泄漏。并应用样品气体对取样管路进行充分吹扫置换。

6.1.3 液化气体取样

根据标准、合同或协议,高压液化气体可以从气相取样或从液相取样,液态试样应经气化后引入仪器。

6.1.4 压缩气体取样

压缩气体取样应经减压阀减压。分析系统应采用抽空置换法或者升降压置换法进行吹扫置换。

6.1.5 管道气体取样

对管道气体取样时,可在管道断面上不同取样点取样,但不宜在管道内的层流部位取样。取样探头应设在距离管中心 1/3 半径的断面内,探头方向可与流动气流顺向或逆向。

6.1.6 安全要求

应符合 GB/T 3723 中的规定。

6.2 测定步骤

- 6.2.1 按仪器说明书要求安装仪器及取样系统,开启仪器。
- 6.2.2 用干燥气体充分吹扫取样管路和分析系统,吹扫气体的压力和流量应与待测样品气的压力和流量相同。测定电解池稳定的本底值且与测定待测水分含量相适应。
- 6.2.3 将待测样品气体引入仪器,充分吹扫取样系统和分析系统。
- 6.2.4 当仪器读数稳定时,读取水分含量值(体积分数)。每隔 2 min 读数一次,至少连续读取 3 次读数,当读数不再呈现方向性变化趋势且符合重复性要求时,取其算术平均值。

注:水分含量越低,仪器读数稳定需要的时间越长。

7 精密度

按 GB/T 6379.2 的规定执行。

8 结果处理

气体中水分含量(体积分数)U 按式(2)计算:
$$U = A - B \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:
A ——仪器示值读数平均值;
B ——仪器本底值。

水分露点与体积分数的换算按照 GB/T 5832.2。

9 注意事项

- 9.1 由于温度、压力影响湿度测定,因此应在接近仪器生产厂标明的温度、压力下取样。
- 9.2 样品气进入仪器前应平衡至环境温度,电解池内样品气的压力应接近大气压。
- 9.3 本底值降得越低越好,否则会增加分析结果的误差。
- 9.4 电解池应定期进行性能检查,检查及相应的处理方法按仪器说明书进行。

10 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。
-

