



中华人民共和国国家标准

GB 10248—88

气体分析 校准用混合气体的制备 静态体积法

Gas analysis—preparation of calibration gas
mixtures—static volumetric methods

1988-12-30 发布

1989-07-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

气体分析 校准用混合气体的制备 静态体积法

UDC 543.05
:661.9

GB 10248—88

Gas analysis—preparation of calibration gas
mixtures—static volumetric methods

本标准等效采用国际标准 ISO 6144—1981(E)《气体分析 校准用混合气体的制备 静态体积法》。

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了用静态体积法制备校准用混合气体(以下简称校准气)的一般原理、减小误差的措施、误差计算及校准气制备实例。

1.2 本标准适用于制备浓度为 $10^{-6} \sim 10^{-1}$ (体积比)的校准气,其相对误差为 $10^{-3} \sim 10^{-2}$ 。制备压力为 0.15 MPa。

2 制备方法

2.1 一般步骤

在环境温度下,校准气的制备分三步进行:

- a. 取样:在已知体积的取样管中充入样品气体,其压力等于大气压。
- b. 进样:将取样管中的气体输送到抽至真空的已知体积的配气瓶中。
- c. 稀释:用选定稀释气充入配气瓶,直到所需要的配气压力。

2.1.1 本方法适用于制备浓度为 $10^{-3} \sim 10^{-1}$ (体积比)的校准气,其相对误差小于 10^{-2} 。

第一次稀释后校准气浓度(C_1)用式(1)计算:

$$C_1 = C_0 \frac{p_1 V_1}{p'_1 V'_1} = C_0 D_1 \dots \dots \dots (1)$$

式中: C_0 ——样品气浓度($C_0 \approx 1$);

p_1 ——大气压力, Pa;

V_1 ——取样管体积, mL;

p'_1 ——配气瓶内的压力, Pa;

V'_1 ——配气瓶体积, mL;

D_1 ——第一次稀释的稀释系数。

2.1.2 本方法用于制备浓度为 $10^{-6} \sim 10^{-1}$ (体积比)的校准气时,要达到上述准确度必须进行逐次稀释,首先制备浓度(C_1)为 $10^{-3} \sim 10^{-1}$ 的校准气,然后用相同的程序(取样、进样、稀释)进行制备。

第二次稀释后校准气浓度(C_2)用式(2)计算:

$$C_2 = C_1 D_2 \dots \dots \dots (2)$$

式中: D_2 ——第二次稀释的稀释系数。

根据压力和体积数据求得

$$D_2 = \frac{p_2 V_2}{p'_2 V'_2} \dots\dots\dots(3)$$

式中: p_2 ——大气压力, Pa;
 V_2 ——取样管体积, mL;
 p'_2 ——配气瓶内压力, Pa;
 V'_2 ——配气瓶体积, mL.

由此可得

$$C_2 = C_1 \frac{p_2 V_2}{p'_2 V'_2} = C_0 \frac{p_1 V_1}{p'_1 V'_1} \times \frac{p_2 V_2}{p'_2 V'_2} \dots\dots\dots(4)$$

同理, 第三次稀释后校准气的浓度(C_3)亦可用类似方法求得

$$C_3 = C_2 D_3 \dots\dots\dots(5)$$

式中: D_3 ——第三次稀释的稀释系数.

$$D_3 = \frac{p_3 V_3}{p'_3 V'_3} \dots\dots\dots(6)$$

式中: p_3 ——大气压力, Pa;
 V_3 ——取样管体积, mL;
 p'_3 ——配气瓶内压力, Pa;
 V'_3 ——配气瓶体积, mL.

由此亦可得

$$C_3 = C_0 \frac{p_1 V_1}{p'_1 V'_1} \times \frac{p_2 V_2}{p'_2 V'_2} \times \frac{p_3 V_3}{p'_3 V'_3} \dots\dots\dots(7)$$

2.2 减小误差的措施及误差计算

2.2.1 减小误差的措施

2.2.1.1 配气系统(包括配气瓶和取样管及配气管道)应用不吸附配气组分的材料(如玻璃和聚四氟乙烯)制成.

2.2.1.2 制备校准气时, 要控制充气速度和避免配气过程中配气瓶内的温度变化.

2.2.2 误差计算

2.2.2.1 因用统计方法计算误差有实际困难, 所以由式(4)导出以下计算公式:

$$\frac{\Delta C_n}{C_n} = \frac{\Delta C_0}{C_0} + \sum_i \frac{\Delta p}{p} + \sum_i \frac{\Delta p'}{p'} + \sum_i \frac{\Delta V}{V} + \sum_i \frac{\Delta V'}{V'} \dots\dots\dots(8)$$

式中: $\frac{\Delta C_n}{C_n}$ ——校准气浓度的相对误差;
 $\frac{\Delta C_0}{C_0}$ ——样品气浓度分析的相对误差;

$\frac{\Delta p}{p}$ ——大气压力测量的相对误差;

$\frac{\Delta p'}{p'}$ ——配气瓶内压力测量的相对误差;

$\frac{\Delta V}{V}$ ——取样管体积测量的相对误差;

$\frac{\Delta V'}{V'}$ ——配气瓶体积测量的相对误差;

n ——稀释次数。

2.2.2.2 如果制备微量校准气, 应考虑样品气中的杂质和稀释气中样品组分含量的修正。

a. 对于样品气, 通常认为浓度 $C_0 > 1-y$, 其中 y 为样品气中杂质的最大含量, 当纯气只给出纯度时, 计算时可假定 $C_0 = 1 - \frac{y}{2}$; 以 $\pm \frac{y}{2}$ 作为纯度误差的估算值。

b. 对于稀释气在制备微量校准气时, 要将稀释气中样品气的浓度与按稀释系数算得的浓度相加, 方得校准气制备浓度。

其误差计算式(8)变为

$$\frac{\Delta C_2}{C_2} = \frac{\Delta C_0}{C_0} + \sum_i \frac{\Delta p}{p} + \sum_i \frac{\Delta p'}{p'} + \sum_i \frac{\Delta V}{V} + \sum_i \frac{\Delta V'}{V'} + \frac{\Delta C_c}{C_2} = \frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} + \frac{\Delta C_c}{C_2} \dots\dots\dots(9)$$

式中: $\frac{\Delta C_2}{C_2}$ ——二次稀释气制备的相对误差;

$\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}}$ ——二次稀释气制备时各项相对误差之和(不包括稀释气中的杂质浓度分析相对误差);

$\frac{\Delta C_c}{C_2}$ ——稀释气中样品气浓度分析的相对误差造成校准气浓度的相对误差。

3 校准气制备实例

3.1 使用玻璃容器的方法

3.1.1 原理

用带有体积约为 20~300 mL 取样管的取样装置图 1 定量取样。取样管两头为高真空玻璃活塞, 用真空橡皮管将取样管和配气瓶上的高真空玻璃活塞联接起来, 在真空状态下将取样管中的样品气输送到配气瓶中(见图 2), 然后用稀释气充到所需配气压力, 其压力值用装置中的 U 型管水银压力计测量。

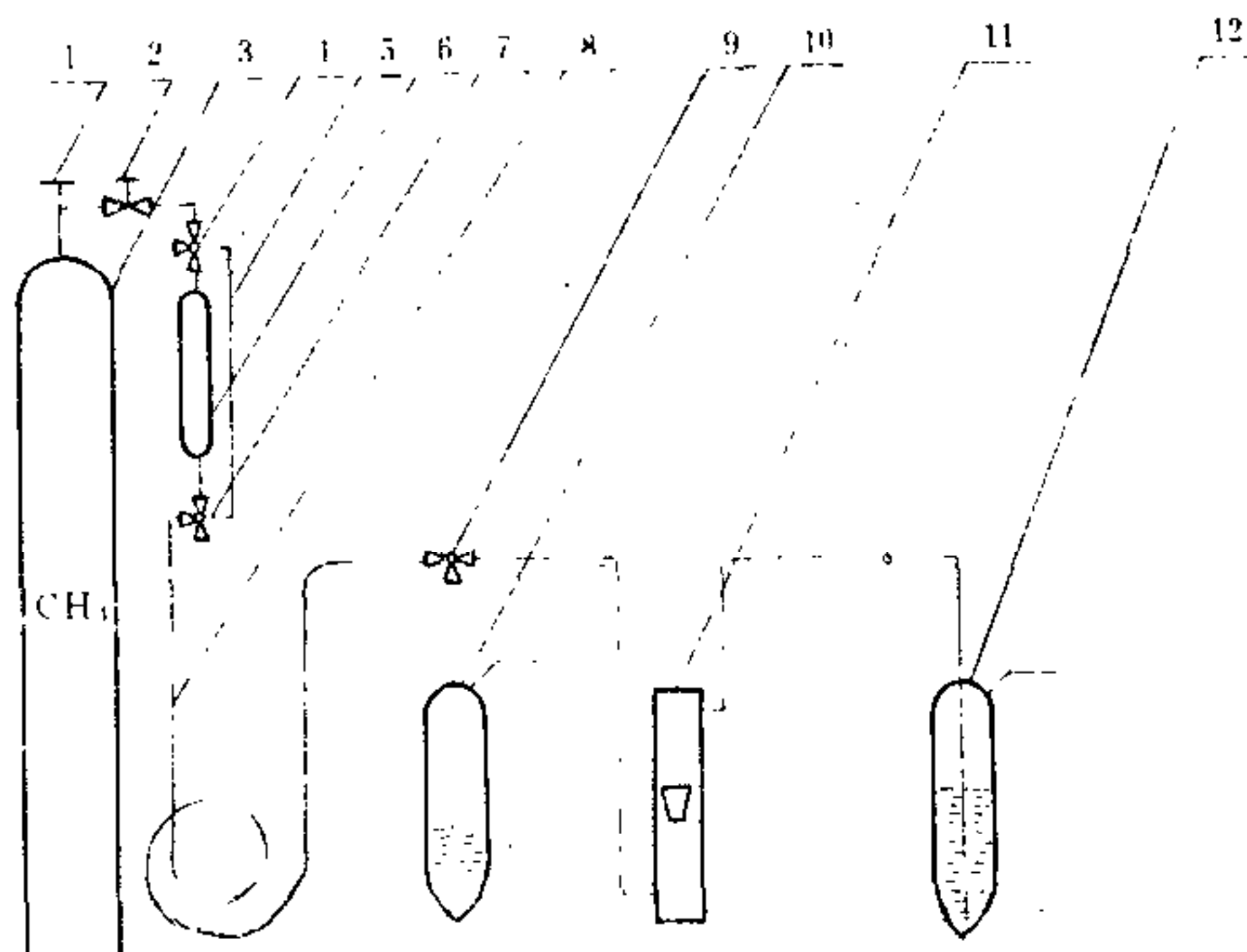


图 1 甲烷样品气取样装置

- 1—气瓶开关阀；2—不锈钢微调针阀；3—甲烷样品气钢瓶；4—高真空玻璃活塞(Γ形)；5—旁通管；
6—取样管；7—高真空玻璃活塞(Γ形)；8—不锈钢蛇形管；9—高真空玻璃活塞(Γ形)；10—水平衡器；
11—气体流量计；12—液体石蜡鼓泡器。

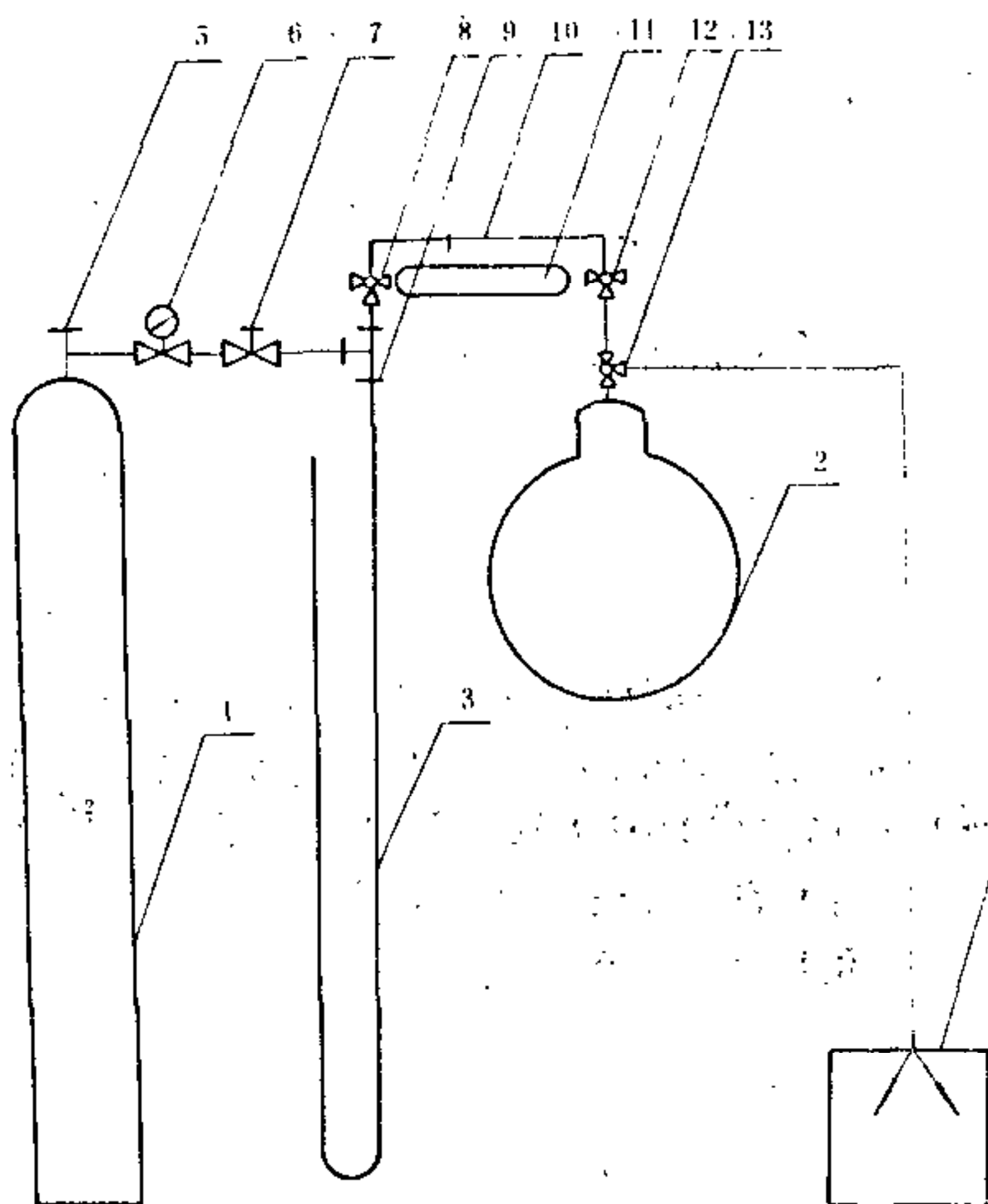


图 2 制备氮中甲烷校准气装置

- 1—真空泵；2—配气瓶；3—U型水银压力计；4—高纯氮气瓶；5—气瓶开关阀；6—两级减压阀；
7—高真空针阀；8—高真空玻璃活塞(Γ形)；9—不锈钢三通；10—旁通管；11—取样管；
12—高真空玻璃活塞(Γ形)；13—高真空玻璃活塞(T形)。

3.1.2 设备

3.1.2.1 配气瓶(已知体积)：厚壁硼硅玻璃质，配气瓶体积约为 3~10 L(瓶内装有 2~3 个搅拌用聚

四氟乙烯薄片, 总体积小于 0.3 cm^3 ;

3.1.2.2 U型水银压力计; U型管高度约为 1.3 m 。

3.1.2.3 水平衡器;

3.1.2.4 液体石蜡鼓泡器;

3.1.2.5 气体流量计;

3.1.2.6 取样管(已知体积)体积约为 $20 \sim 300 \text{ mL}$, 其形状应有利于将样品气输送到配气瓶中, 长度与直径比为 $3 \sim 5$ 的圆柱形, 将样品气输送到配气瓶后要进行分析测定, 以验证是否还残存样品气,

3.1.2.7 真空泵

3.1.2.8 样品气钢瓶, 样品气的纯度应为已知。

注: 按 3.1.3 和 3.1.4 示例, 样品气甲烷的浓度为 99.998% 。

3.1.2.9 稀释气钢瓶, 稀释气的纯度应为已知, 并给出其样品气含量和分析误差, 一般要求使用高纯气。

注: 按 3.1.3 和 3.1.4 示例, 稀释气高纯氮的浓度为 99.999% , 含有 $0.2 \pm 0.05 \text{ ppm}$ 的甲烷。

3.1.2.10 不锈钢微调针阀, 要求该阀死体积小, 而且能微调气体流量。

3.1.2.11 稀释用两级减压阀, 该阀装有不锈膜, 出口装有针形阀。

3.1.3 氮中甲烷校准气的制备程序

甲烷是易燃气体, 充装该气体的设备要远离火源, 注意检漏, 确保设备的气密性, 所有出口均应接到室外, 全部处理操作都应在通风良好的环境下进行。

为安全起见, 在配气瓶外最好加防护层(如人造革罩), 摇动配气瓶时要戴上手套。

3.1.3.1 取样(见图 1)

首先开启气瓶(3)的开关阀(1), 用甲烷样品气将联接在钢瓶(3)上的针阀(2)以脉冲方式冲洗三次后, 关闭此阀, 并联接取样管(6), 然后开启取样管两端的高真空玻璃活塞(4)和(7)(以下简称活塞), 并将活塞(9)开到与液体石蜡鼓泡器(12)相通的方向, 这时慢慢开启针阀(2), 使甲烷样品气在鼓泡器中鼓泡, 用体积比取样管大 20 倍的甲烷样品气吹洗取样管(6)(按测量过的样品气流量, 控制鼓泡时间), 然后逐渐降低样品气流量, 使甲烷样品气在鼓泡器中慢速鼓泡, 这时按顺序关闭活塞(7)、针阀(2)、活塞(4)以及气瓶开关阀(1)。再将活塞(9)开到与水平衡器(10)相通的方向, 打开活塞(7), 使过量的甲烷样品气通过约 1 m 长的不锈钢蛇型管(8)从水平衡器(10)的中心管排出, 当无气泡冒出时, 迅速关闭活塞(7)(注意不要用手触及取样部分), 这时取样完毕。记下环境温度和大气压力, 将取样管(6)卸下并装到配气系统中。

3.1.3.2 校准气的制备(见图 2)

不锈钢三通(9)是配气装置的核心部件, 它的一端通过不锈钢真空针阀(7)接高纯氮气瓶(4), 另一端接 U 型管水银压力计(3), 还有一端则通过取样管(11)和配气瓶(2)接真空泵(1), 这样就构成了静态体积配气系统, 该系统要求试漏, 配气前关闭各阀及活塞。

首先开启气瓶(4)的开关阀(5), 以脉冲方式将此阀冲洗三次, 然后将出口压力调节到约 $2.02 \times 10^5 \text{ Pa}$, 这时将取样管(11)上的活塞(8)和(12)以及配气瓶(2)上的活塞(13)均开到与旁通管(10)和配气瓶(2)以及真空泵(1)相通的方向, 启动真空泵(1), 将系统充分抽真空后停泵, 慢慢开启真空针阀(7)往系统中充高纯氮气, 待 U 型水银压力计(3)内汞面达零刻度时关闭此阀, 反复三次, 然后再将系统充分抽真空, 此时, 将活塞(13)由(+)位置逆时针旋转 90° 到(L)位置, 慢慢开启真空针阀(7)往配气管道中充高纯氮气到等于或稍高于大气压时关闭此阀, 这时按(12)、(13)、(8)顺序将三活塞置于与配气瓶(2)相通的方向(此时活塞(13)由(L)位置再逆时针旋转 90° 到(-)位置), 开启真空针阀(7), 这样甲烷样品气就进入真空状态下的配气瓶(2)中, 注意控制真空针阀(7)的流量, 为使甲烷样品气全部输送到配气瓶(2)中, 用比取样管大 10 倍的高纯氮气吹洗取样管(11)并直到所需要的配气压力, 关闭此

阀。待 U 型管水银压力计(3)的汞柱稳定后, 测量表压值和大气压力值, 这时甲烷校准气配制完毕, 迅速关闭活塞(13)、(12)、(8)以及减压阀(6)和气瓶(4)的开关阀(5), 卸下配气瓶(2), 对其进行不同方向的旋转摇动, 使甲烷校准气达到均匀待用。

3.1.4 用逐次稀释法制备各种氮中甲烷校准气举例

按 3.1.3 条的程序首先制备浓度为 1 000~10 000 ppm(体积比)范围的甲烷校准气, 再利用这种校准气按 3.1.3.1 条和 3.1.3.2 条的步骤将取样管进行一系列的充装和稀释, 就可制备以下浓度范围的甲烷校准气。

100~1 000, 10~100, 1~10 ppm(体积比)。

3.1.4.1 制备校准气的玻璃容器体积均需在恒温条件下用水或水银测量, 其准确度要求以及天平的性能见表 1。

3.1.4.2 四个浓度范围甲烷校准气制备结果图解法说明见表 2。

3.1.4.3 四个浓度范围甲烷校准气的浓度计算见附录 A(补充件)。

3.1.4.4 四个浓度范围甲烷校准气浓度相对误差的计算见附录 B(补充件)。

3.1.4.5 压力测量误差

a. 大气压力测量误差为 ± 13.3 Pa。

b. U 型管水银压力计测量误差为 ± 133.3 Pa。

3.2 移动活塞法

3.2.1 设备

3.2.1.1 图 3 为该设备的示意图

它是由大约长 60 cm、直径约 10 cm 的玻璃圆筒组成。在圆筒内安装了一个用不锈钢制的自由移动活塞, 活塞上套有聚四氟乙烯活塞环, 该环保证与筒壁紧密配合, 瓶中气体可以环流通过这些环, 玻璃筒放在框架上可作 360° 旋转。由于旋转运动, 活塞将在它自身重量的作用下降到底。活塞下降的速度可以通过调整玻璃圆筒的倾角来控制。输入和输出接头接在圆筒的两端, 不锈钢管直通装置中央的球形接头。系统的主控制面板上安装了一个气相色谱取样阀, 该阀和定量管相联接。在同一气路上又安装了一个供注射器进样用的膜片入口, 为了使取样系统能调整到和大气压相平衡, 在气路上安装了一个阀门。

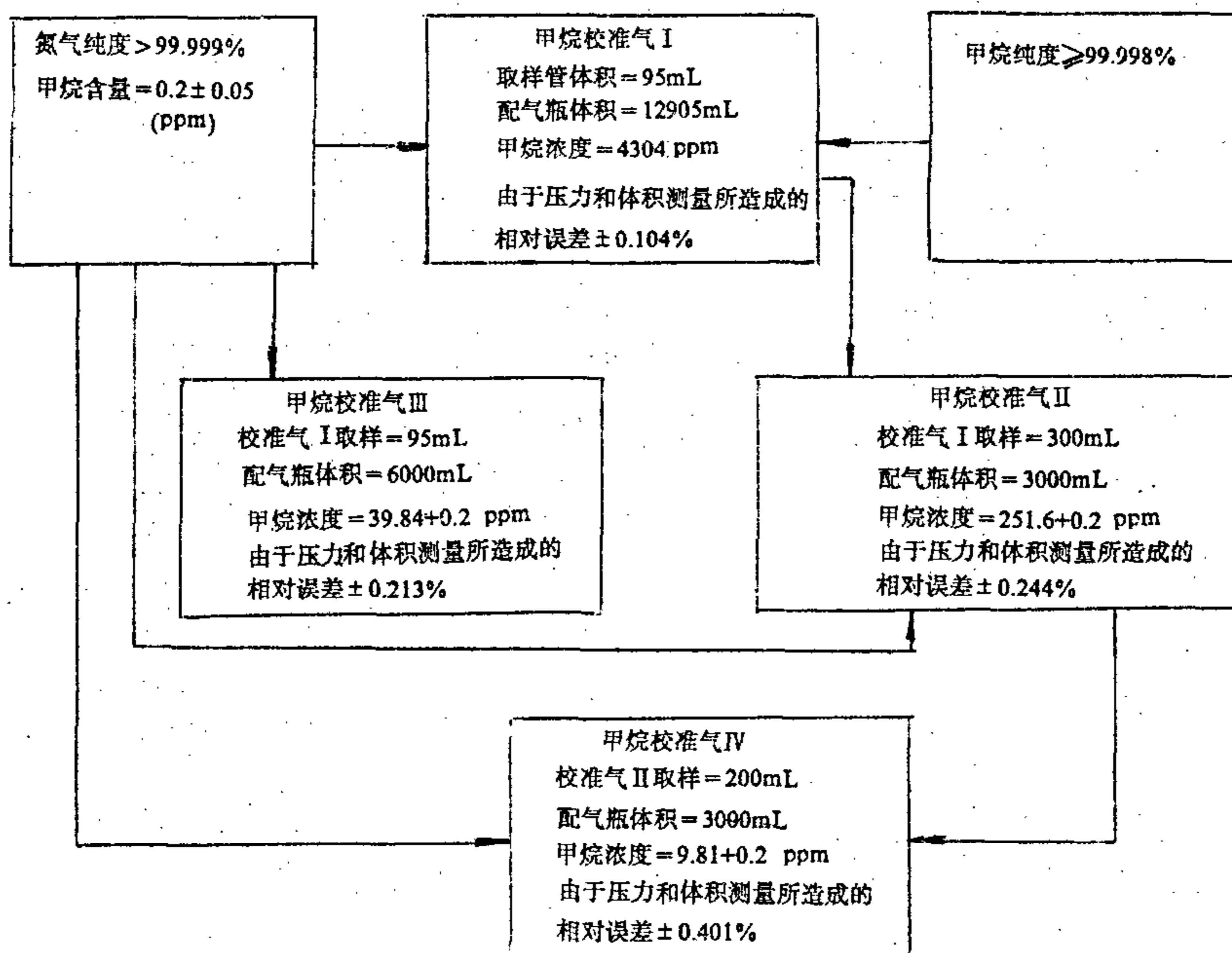
选择适当的阀门, 以建立密闭系统。转动玻璃圆筒, 活塞也跟着移动, 从而推动密闭系统内的气体在系统内循环。因为有些气体可通过聚四氟乙烯活塞环面回流, 所以该流程是非常有效的混合系统。

表 1 玻璃容器规格示例

取样管和配气瓶体积 mL	测量准确度 mL	称量用天平
20 25 50 85 95	± 0.01	最大称量 20 kg 感量 2 mg
125 150 200 250 300	± 0.1	
3 000 6 000 12 000	± 0.5	

表 2 按 3.1.3 条程序制备氮中甲烷校准气示例

项 目	数 值
组分含量 ppm(体积比)	4304; 251.8; 40.04; 10.01
配气瓶体积 mL	3 000±0.5; 6 000±0.5; 12 905±0.5
取样管体积 mL	95±0.01; 200±0.1; 300±0.1
大气压力 Pa	101 324.7±13.3
配气瓶内压力 Pa	173 318.6±133.3



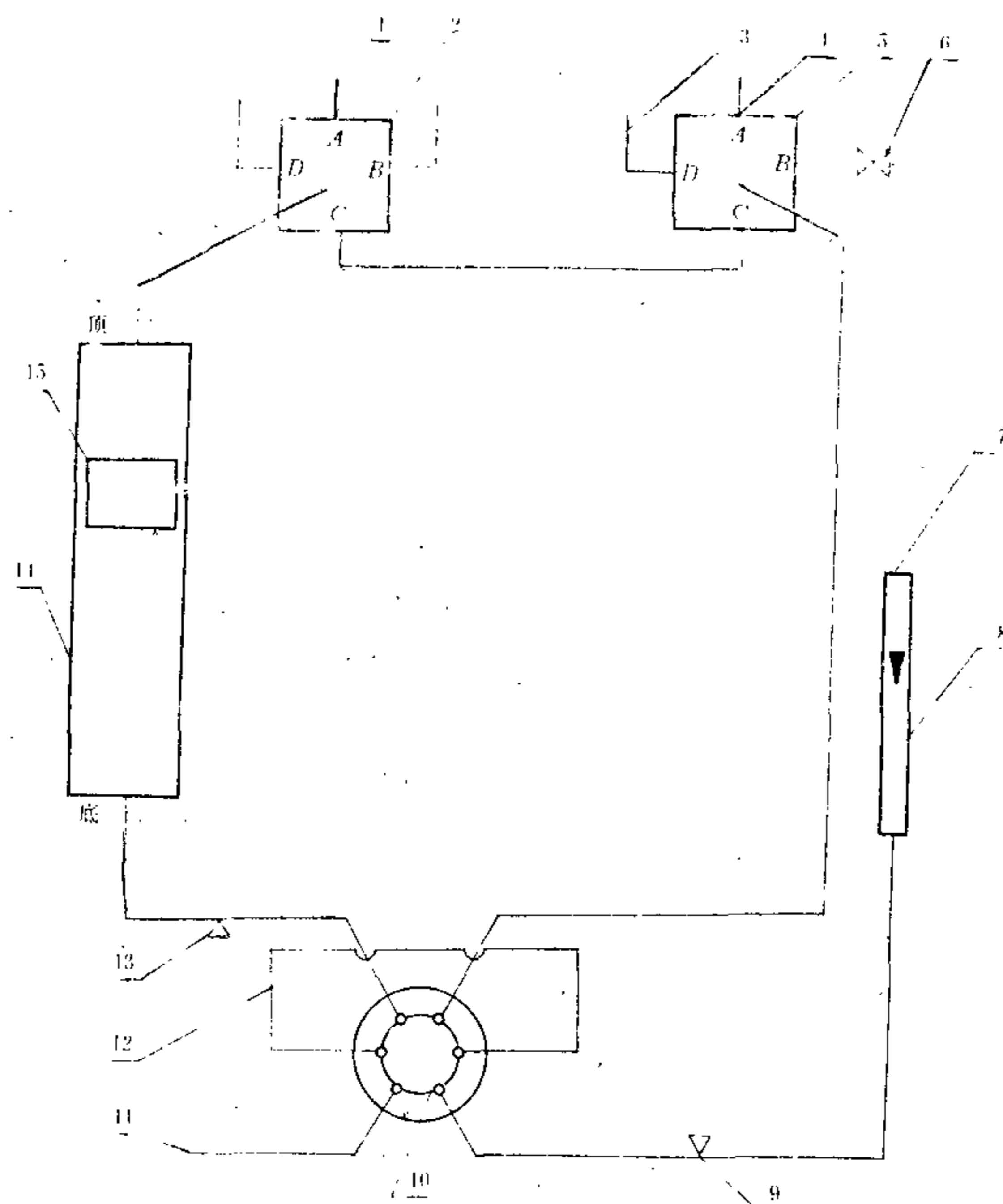


图 3 气体混合器简图

- 1—排气口；2—四通阀；3—校准气出口；4—稀释气入口；5—四通阀；6—排气阀；
 7—纯气出口；8—浮子流量计；9—样品气出口；10—六通阀；11—纯气入口；
 12—定量管；13—样品气入口；14—玻璃圆筒；15—不锈钢活塞；

3.2.1.2 需要的附属设备如下:

- a. 样品气体钢瓶, 气体纯度应为已知;

注: 样品气的浓度不小于 99.9%.

- b. 稀释气体钢瓶

注: 稀释气的纯度应为已知, 并给出杂质分析数据和误差范围. 一般要求使用高纯气, 其浓度不小于 99.99%. 样品气和稀释气钢瓶应配备输出压力最小为 20 kPa 的减压阀.

- c. 气体取样注射器.

3.2.2 操作条件

3.2.2.1 注射器圆筒应安装保温套, 以防注射操作时温度的影响.

3.2.2.2 为了消除操作误差, 每一支注射器应配备金属定位隔片, 这些隔片置于针筒和柱塞之间, 使之仅能注射相应体积的气体.

3.2.2.3 所有的注射器、取样阀、取样管的体积应准确校准. 注射器体积的校准可多次用水装满注射器, 然后把这水注入事先已准确称量好的容器内, 称量容器和水的质量, 由密度可准确计算注射器的容积.

3.2.3 操作步骤

3.2.3.1 把稀释气气瓶接在标有“稀释气”的入口端, 调节气瓶减压阀的压力到 15 kPa.

3.2.3.2 把样品气气瓶接在标有“纯气”的入口端, 调节气瓶减压阀的压力到 15 kPa.

清除装置中的污染气体, 参照图 3 进行操作, 以清洗装置和制备气体混合物.

3.2.3.3 转动阀到位置 A, 稀释气体进入圆筒中, 经由活塞平衡到大气中.

3.2.3.4 把玻璃圆筒来回翻转 180° 若干次, 圆筒中的活塞便一上一下地运动以助清洗.

3.2.3.5 把阀门放到位置 B.

3.2.3.6 将样品气流量调到 5 或 10 L/min.

3.2.3.7 用定量管注入样品气或把注射器插入标有取样的隔膜中.

3.2.3.8 来回推拉注射器的柱塞, 进行注射器的清洗.

3.2.3.9 用注射器抽取样品气体后再把注射器从隔膜中拔出.

3.2.3.10 调整注射器到预定的位置上.

3.2.3.11 把注射器插入标有样品注入口的隔膜中.

3.2.3.12 将测量过体积的样品气注入装置中.

3.2.3.13 转动阀到位置 C.

3.2.3.14 转动圆筒至少 10 min, 使装置中的气体混合. 自由滑动的活塞慢慢沉入容器底部. 一些气体在系统内循环, 另一些气体通过活塞环跑出, 从而使要配的气体进行了有效的混合.

3.2.3.15 为了将制备好的混合气用于校准, 把装置直接联在仪器测量的入口端. 转动阀到位置 D, 通过调节圆筒的角度和活塞下降的速度来控制进入分析器的气体流速. 大约玻璃圆筒体积的三分之二用于校准, 其余的气体通过活塞回流并与进入的空气混合.

注: 在进行上述操作时, 稀释气体是从打开活塞的出口阀引入的, 因此所有的气体都是在大气压下混合. 这就防止了进样时由于注射器中存在压力而可能引起的测量误差, 也可防止注射口或通过注射器柱塞时可能产生的泄漏. 因为活塞位于注射口和出口阀之间, 因而防止了稀释气体的丢失.

3.2.4 校准气的制备浓度 C(体积比 ppm)按下式计算:

$$C = \frac{V}{V'} \times 10^6$$

式中: V ——注入组分气的体积, mL;

V' ——玻璃容器和有关的管道总体积, mL.

附录 A
氮中各种甲烷校准气的浓度计算
(补充件)

A1 校准气 I 的浓度(体积比)计算:

$$C_I = \frac{95.00 \times 99.998 \times 10^6 \times 101324.7}{12905 \times 100 \times 173318.6} = 4304 \text{ ppm}$$

A2 校准气 II 的浓度(体积比)计算:

$$C_{II} = 0.2 + \frac{4304 \times 300 \times 101324.7}{3000 \times 173318.6} = 251.8 \text{ ppm}$$

A3 校准气 III 的浓度(体积比)计算:

$$C_{III} = 0.2 + \frac{4304 \times 95.00 \times 101324.7}{6000 \times 173318.6} = 40.04 \text{ ppm}$$

A4 校准气 IV 的浓度(体积比)计算:

$$C_{IV} = 0.2 + \frac{251.8 \times 200 \times 101324.7}{3000 \times 173318.6} = 10.01 \text{ ppm}$$

附录 B

氮中各种甲烷校准气浓度的相对误差计算
(补充件)

B1 校准气 I 浓度的相对误差计算

- a. 样品气甲烷纯度
- C_0
- 的误差:

$$\frac{\Delta C_0}{C_0} = 0.002\%$$

- b. 样品气甲烷取样(取样管的体积为
- 95 ± 0.01
- mL)的相对误差:

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{0.01 \times 100}{95.00} = \pm 0.01053\%$$

- c. 配气瓶体积(
- 12905 ± 0.5
- mL)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta V'}{V'} = \frac{0.5 \times 100}{12905} = \pm 0.00387\%$$

- d. 大气压力为
- 101324.7
- Pa 时测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{13.3 \times 100}{101324.7} = \pm 0.01313\%$$

- e. 配气瓶内压力(
- 173318.6 ± 133.3
- Pa)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p'}{p'} = \frac{133.3 \times 100}{173318.6} = \pm 0.07691\%$$

上术各项误差之和 $\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} = \pm 0.10644\%$

因此, $\frac{\Delta C_I}{C_I} \approx \pm 0.11\%$.

B2 校准气 II 浓度的相对误差计算

- a. 样品气
- C_I
- 制备的相对误差:

$$\frac{\Delta C_I}{C_I} = \pm 0.11\%$$

- b. 样品气
- C_I
- 取样(取样管体积为
- 300 ± 0.1
- mL)的相对误差:

$$\frac{\Delta V'}{V'} = \frac{0.1 \times 100}{300} = \pm 0.03333\%$$

- c. 配气瓶体积(
- 3000 ± 0.5
- mL)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta V'}{V'} = \frac{0.5 \times 100}{300} = \pm 0.01667\%$$

d. 大气压力为 101324.7 Pa 时测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{13.3 \times 100}{101324.7} = \pm 0.01313\%$$

e. 配气瓶内压力(173318.6 ± 133.3 Pa)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p'}{p'} = \frac{133.3 \times 100}{173318.6} = \pm 0.7691\%$$

$$\text{上述各项误差之和} \frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} = \pm 0.25\%$$

f. 稀释气(高纯氮)中样品气(甲烷)浓度分析误差造成校准气制备的相对误差:

$$\frac{\Delta C_c}{C_{II}} = \frac{0.05 \times 100}{251.8} = \pm 0.02\%$$

校准气制备的总误差:

$$\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} + \frac{\Delta C_c}{C_{II}} = \frac{\Delta C_{II}}{C_{II}} = \pm 0.27\% \approx \pm 0.3\%$$

B3 校准气Ⅲ浓度的相对误差计算

a. 样品气 C_I 制备的相对误差:

$$\frac{\Delta C_I}{C_I} = \pm 0.11\%$$

b. 样品气 C_I 取样(取样管体积为 95.00 ± 0.01 mL)的相对误差:

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{0.01 \times 100}{95.00} = \pm 0.01053\%$$

c. 配气瓶体积(6000 ± 0.5 mL)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta V'}{V'} = \frac{0.5 \times 100}{6000} = \pm 0.00833\%$$

d. 大气压力为 101324.7 Pa 时测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{13.3 \times 100}{101324.7} = \pm 0.01313\%$$

- e. 配气瓶内压力(173318.6 ± 133.3 Pa)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p'}{p'} = \frac{133.3 \times 100}{173318.6} = \pm 0.07691\%$$

上述各项误差之和 $\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} = \pm 0.219\%$.

- f. 稀释气(高纯氮)中样品气(甲烷)浓度分析误差造成校准气制备的相对误差:

$$\frac{\Delta C_e}{C_{III}} = \frac{0.05 \times 100}{40.03} = \pm 0.125\%$$

校准气制备的总误差:

$$\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} + \frac{\Delta C_e}{C_{III}} = \frac{\Delta C_{III}}{C_{III}} = \pm 0.344\% \approx \pm 0.3\%$$

B4 校准气IV浓度的相对误差计算

- a. 样品气 C_{II} 制备的相对误差:

$$\frac{\Delta C_{II}}{C_{II}} = \pm 0.3\%$$

- b. 样品气 C_{II} 取样(取样管体积为 200 ± 0.1 mL)的相对误差:

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{0.1 \times 100}{200} = \pm 0.05\%$$

- c. 配气瓶体积(3000 ± 0.5 mL)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta V'}{V'} = \frac{0.5 \times 100}{3000} = \pm 0.01667\%$$

- d. 大气压力为 101324.7 Pa 时测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p}{p} = \frac{13.3 \times 100}{101324.7} = \pm 0.01313\%$$

- e. 配气瓶内压力(173318.6 ± 133.3 Pa)测量的相对误差:

$$\frac{\Delta p'}{p'} = \frac{133.3 \times 100}{173318.6} = \pm 0.07691\%$$

上述各项误差之和 $\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} = \pm 0.457\%$.

- f. 稀释气(高纯氮)中样品气(甲烷)浓度分析误差造成校准气制备的相对误差:

$$\frac{\Delta C_c}{C_{IV}} = \frac{0.05 \times 100}{10.01} = \pm 0.499\% = \pm 0.5\%$$

校准气制备的总误差:

$$\frac{\Delta C_{OD}}{C_{OD}} + \frac{\Delta C_c}{C_{IV}} = \frac{\Delta C_{IV}}{C_{IV}} = \pm 0.957\% \approx \pm 1\%$$

附加说明:

本标准由北京分析仪器研究所归口。

本标准由北京分析仪器厂负责起草。

本标准主要起草人段玉珍。

GB/T 10248 - 1988《气体分析 校准用混合气体的制备静态 体积法》第 1 号修改单

本修改单经国家质量技术监督局于 2000 年 7 月 19 日批准发布,自 2000 年 12 月 1 日起实施。刊载于 2000 年第 9 期《中国标准化》。

1. 封面、首页中第二段、第三段英文名称第一个字母应大写,第三段中前两个英文字有错修改成“Preparation”、“Static volumetric”。
2. 第 2 章标题应改为“方法原理”。2.1 条标题应改成“一般原理”。
- 3.2.2.1 条式中“ V_1 - 配气瓶体积, ml;”应改淡 V_1 - 配气瓶体积, ml;”。
- 4.2.2.2.2 条中“ $C_0 > 1 - y$ ”应改为 $C_0 > 1 - y$ ”
5. 表 2 中单位均应放在项目名称的下方。
6. 本标准中“ppm”一律用“ $\times 10^{-6}$ ”表示。

中华人民共和国
国家标准

气体分析
校准用混合气体的制备
静态体积法

GB 10248—88

*
机械工业出版社出版(北京阜成门外百万庄南里一号)
(北京市书刊出版业营业许可证出字第 117 号)

*
版权专有 不得翻印

*
河北省清河县印刷厂印刷
机械电子工业部机械标准化研究所发行(北京清华东路)

*
开本: 880×1230 1/16 印张: $1\frac{1}{8}$ 字数: 28 000
1989 年 10 月 北京第一版·1989 年 10 月清河第一次印刷

*
印数: 00.001—1000
统一书号: 111—10341