

《气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第7部分：热式质量流量控制器》

国家标准征求意见稿
编制说明

标准起草工作组
2024年2月

一、工作简况

（一）任务来源

动态法是用于校准混合气体制备的一大类重要方法，ISO 为此专门编制的 ISO 6145 系列标准，其中第 7 部分给出的热式质量流量控制器法是目前国内应用较多的一种，是主流气体稀释装置制造的参考依据。GB/T 5275.7-2014 是采用翻译法等同采用 ISO 6145-7:2009 转化而来，ISO/TC 158 于 2018 年发布了新版标准即 ISO 6145-7: 2018，修订更新了标准内容。全国气体标准化技术委员会（SAC/TC206，以下简称“气标委”）于 2021 年组织技术专家将 ISO 6145-7: 2018 进行了翻译和分析，认为 ISO 6145-7:2018 与 ISO 6145-7:2009 相比技术内容有重大调整。

根据国务院办公厅关于印发《国家标准化体系建设发展规划（2016-2020 年）》的通知（国办发〔2015〕89 号）的要求，应“加强标准外文版翻译出版工作。加大国际标准跟踪、评估力度，加快转化适合我国国情的国际标准。坚持与国际接轨，统筹引进来与走出去，提高我国标准与国际标准一致性程度”，因而申请根据新版 ISO 标准对原转化的国家标准进行修订，使我国国家标准与国际标准水平保持一致。因此，申请根据将 ISO 6145-7: 2018 转化为我国国家标准。本项目的实施，将促进国内使用热式质量流量控制器法制备校准用混合气体水平的不断提高，逐步缩小和国外发达国家的差距。

2023 年 12 月 28 日，国家标准化管理委员会下发“国标委发[2023]64 号文”——《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年国家标准复审修订计划的通知》，正式下达了《气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第 7 部分：热式质量流量控制器》的制定计划，计划编号为：20232774-T-606，与 ISO 6145:2018 的一致性程度为等同采用，计划完成日期为 2024 年 12 月 27 日。

本标准的修订由中国石油和化学工业联合会提出、由全国气体标准化技术委员会（SAC/TC206，以下简称“气标委”）归口。

（二）起草过程

1. 标准预研阶段

在获悉 ISO 6145-7: 2019 发布后，气标委秘书处立即对 ISO 6145-7: 2019 进行了研究，并做出应对 GB/T 5275.7-2014 进行修订的判断，为保证标准修订工作的顺利进行，气标委秘书处公开征集起草单位，成功组建了昊华气体有限公

司西南分公司、中国计量科学研究院、中国测试技术研究院化学研究所、大连大特气体有限公司、广东华特气体股份有限公司、江西华特电子化学品有限公司、西南化工研究设计院有限公司、深圳供电局有限公司、上海华爱色谱分析技术有限公司等单位共同组成的标准起草小组。

标准起草小组经过大量和系统的调研，搜集整理了相关国内外标准文献，与 ISO 6145-7: 2019 相关标准情况见表 2。

表 2 ISO 6145-7: 2019 相关的标准汇总表

序号	标准号	标准名称
1	GBT 5274.1-2018/ISO 6142.1:2015	气体分析 校准用混合气体的制备 第 1 部分：称量法制备一级混合气体
2	GB/T 10628-2008/ISO 6143: 2001	气体分析 校准用混合气体组成的测定和校验 比较法
3	GB/T 14850-2020/ISO 7504: 2015	气体分析 词汇
4	GB/T 38521-2020/ISO 19229: 2015	气体分析 纯度分析和纯度数据的处理
5	GB/T XXXX-2024/ISO 12963: 2017	气体分析 基于单点和两点校准的混合气体组成的测定比较法

起草小组参考这些标准的内容，采用翻译法对 ISO 6145-7: 2019 进行翻译。2021 年 9 月，起草小组各单位在标准草案稿的基础上分别完成了各自部分的标准翻译文本初稿。2022 年 10 月，由牵头起草单位西南化工研究设计院有限公司负责整合所有标准翻译，完成了标准草案的编写工作。

2. 立项申请阶段

2021 年 12 月牵头单位在气标委 2021 年会上提出了转化 ISO 6145-7: 2019 制定国家标准的提案，全体委员进行了充分讨论。本项目申报前于 2022 年 5 月在国标委网站“全国专业技术委员会工作平台”进行了电子投票，应投委员 89 人，以 89 票赞成、0 票反对、0 票弃权（89/0/89/89）通过立项提议。

2022 年 5 月 14 日气标委秘书处行文“（2022）委字第 11 号”——《关于申报《气体分析 混合气体组成的测定 基于单点和两点校准的比较法》等叁项国家标准项目修订计划的函》经中国石油和化学工业联合会向国家标准化技术委员会（以下简称“国标委”）提出修订国家标准 GB/T 5275.7-2014《气体分析 动态体积法制备校准用混合气体 第 7 部分：热式质量控制器》的申请。

2023年12月28日，国家标准化管理委员会下发“国标委发[2023]64号文”——《国家标准化管理委员会关于下达2023年国家标准的复审修订计划的通知》，正式下达了《气体分析 动态法制备校准用混合气体 第7部分：热式质量流量控制器》的制定计划，计划编号为：20232774-T-606，与ISO 6145:2018的一致性程度为等同采用，计划完成日期为2024年12月27日。

3. 标准征求意见稿的形成

项目制定计划下达之后，为保证项目顺利实施，2021年8月，气标委秘书处组织正式成立以昊华气体有限公司西南分公司、中国计量科学研究院、中国测试技术研究院化学研究所、大连大特气体有限公司、华测检测认证集团股份有限公司、广东华特气体股份有限公司、江西华特电子化学品有限公司、西南化工研究设计院有限公司、陕西液化天然气投资发展有限公司、四川莱峰流体设备制造有限公司、深圳供电局有限公司、上海华爱色谱分析技术有限公司共同组成的标准起草工作组，讨论了标准征求意见稿起草的主要难点和制定工作分工。在标准的制定过程中，标准起草工作组根据实际情况陆续吸纳了XXX、YYY等单位参加标准的制定。在标准制定的整个过程中各起草单位承担的具体工作见表1。

2024年1月1日，气标委行文“〔2024〕委字第02号”——《关于征集2024年国家标准的修订起草单位的通知》，向气标委总会及分会、全国半导体设备和材料标准化技术委员会气体分技术委员会、全社会征集本标准等22项国家标准草案稿的修订意见及标准起草单位。

2024年1月至2024年2月19日，起草小组各单位在标准草案稿的基础上分别完成了各自部分的修改工作。2024年2月中旬，由西南化工研究设计院有限公司负责汇总整合各起草单位、全国气体标准化技术委员会委员提交的草案稿修改内容，标准起草小组并按照GB/T 1.1-2020及GB/T 1.2-2020的要求进行格式修改，形成标准征求意见稿并提交气标委秘书处。

2024年2月20日至2月28日，气标委秘书处对标准征求意见稿、编制说明进行核对和修改。2024年2月29日气标委秘书处将本标准的征求意见稿、编制说明上传到国家标准化管理委员会网站、全国气体标准化网站，面向气标

委全体委员、全社会广泛征集修改意见。

4. 标准送审稿的形成

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

1. 标准编制原则

本标准等通采用 ISO 6145-7:2019, 按照 GB/T 1.1—2020 和 GB/T 1.2-2022 给出的规则起草。

2. 标准的主要内容

(1) 标准名称

ISO 6145-7: 2019 与之前 2008 版一致未做修改, 因此, 在国标 GB/T 5275.7-XXXX 修订中也未做修改。

(2) 目次

在修订版中增加了“目次”。

(3) 前言

与上一版相比进行了如下改动:

- A、变更了起草依据标准 GB/T 1.1 的号并增加标准的名称
- B、将“本部分”修改为“本文件”;
- C、增加了与上一版的技术除结构调整和编辑性改动外, 主要技术变化内容;
- D、增加了起草单位和参加人;
- E、增加了所代替文件的历次版本发布情况说明。

(4) 引言

按照 GB/T 5275.2-2022、GB/T 5275.6-2023 的引言内容, 重新编写了本标准的“引言”内容, 未引用 ISO 6145-7:2019DE “引言”的内容。

(5) 范围

增加了方法的适用范围的描述“本文件适用于组分不发生反应的混合气体,

即组分不与构成热式质量流量控制器或辅助设备流路的材质发生反应。”。

(6) 规范性引用文件

增加了两个标准的引用“GB/T 38521 气体分析 纯度分析和纯度数据的处理 (GB/T 38521-XXXX, ISO 19229:2019, IDT), GB/T XXXX 气体分析 基于单点和两点校准的混合气体组成的测定 比较法 (GB/T XXXX-XXXX, ISO 12963:2017, IDT)”。

(7) 术语及定义

修改为：原“ISO 7504”变更为“GB/T 14850”。

GB/T 14850 界定的术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 在以下网址中给出了标准化中使用的术语数据库：

——ISO 在线浏览平台：<http://www.iso.org/obp>;

——IEC 电子百科全书：<http://www.electropedia.org/>。

(8) 符号

该部分为新增部分，给出了文件中使用的符号。

C_p 热容(在恒压下)

i, k 指代纯气体或混合气体中的组分

j 指代原料气

m 质量

p 压力

q 混合气体中组分的数量

q_m 质量流量

q_v 体积流量

T 温度

V 体积

Φ 热通量

ϕ 原料气中组分的体积分数

φ 混合气体中组分的体积分数

ρ 密度

(7) 原理

全文中的“matrix gas”根据 GB/T 14850-2020 《气体分析 词汇》统

一翻译成“底气”。

(8) 主要部件

将原标准中低 5 章题目“程序”改为“主要部件”

将“恒流电压源”改为“恒流源”（意义相同）

“读数被平衡为零”改为“电桥回路达到平衡，读数为零”

图 1 说明中的部件顺序进行了调整（2 和 3 调整了位置），“加热装置”改为了“加热器”

图 1 图例增加了“使用”两个字

(9) 混合气体的制备

7.1 实验步骤的描述

7.1 题目改为“实验步骤的描述”

增加了“依据 GB/T 10628 或 GB/T XXXX”

原标准中“检验”改成了“检查”

“全刻度”改为“满量程”

将英文中的不确定度“ $\pm 1\%$ ”改为“1%”

图 3 中“带有压力钢瓶”改为“加压气瓶”

图 3 图例中的“仪器”改为“装置”

修订了原标准中“体积分数为 1:10”改为了“1:11”

将英文中的不确定度“ $\pm 10\%$ 和 $\pm 9\%$ ”改为“10%和 9%”

增加了对最终混合气不确定度的描述“在两者工作流量接近各自满量程时，混合气体体积分数的相对扩展不确定度为 2%。”

“注意”改为“遵循”

原标准中“注 1”变为了正文

原标准中“组分气体”改为了“气体组分”

原标准中“气体组分（例如孔板…）”改为了“特定组分（例如膜片…）”

原标准中“清洗”改为了“吹扫”，“路径”改为“流路”

原标准中“注 2”变为了正文

7.2 有效范围

根据 ISO 标准对该段第一句话进行了重新翻译“如范围所述，该方法适

用于制备不反应的混合气体，即组分不与构成热式质量流量控制器或辅助设备流路的材质发生反应的混合气体。”

“本方法不是绝对的”改为“本方法不是绝对方法”

7.3 运行条件

调整了部分原标准中文字标准语序以及部分文字描述。

(10) 计算

8.1 体积分数

增加了纯气中杂质较高时的计算说明

下列计算体积分数的方法只适用于气体杂质体积分数足够低的高纯气体。气体纯度应根据 GB/T 38521 进行评估，并相应地准备纯度数据。如果在计算气体组成时杂质水平过高而不能忽略，则应使用另一种计算方法，这种情况详见附录 A。

原标准中“摩尔分数”改为了“物质的量分数”

8.2 不确定度来源

原标准中“商品化”改为了“市售”

8.3 测量的不确定度

增加了部分描述：

注：上式的推导参见C.1。

在正态分布的情况下，为得到约 95%的置信概率，包含因子取“2”。

必要时，应相应评估混合气体中杂质对测量不确定度的影响(见附录 A)。

(11) 附录 A

标题“预混合气用于制备高稀释混合气体”改为“使用用预混合气制备高稀释比混合气体”

(12) 附录 B

B.1 设备

原标准中“微粒”改为“颗粒物”

原标准中“运行范围”改为“工作范围”

B.2 操作

原标准中“校准气体应无过压”改为“校准气体应无过压”

这里的过压是指对校准仪器不能“过压”

原标准中“连接导管一旦被移开” 改为“如拆除连接管路”

原标准中“论文详细叙述了基于校准组分及逸出校准气体流量的不确定度分析，且对照称量法对该方法进行了实验验证” 改为“论文详细介绍了关于校准组分流量和新发生校准混合气不确定度的分析，并通过重量法对该方法进行了实验验证”。

(13) 附录 C

C.1 的标题更改为

在使用“纯气”的情况下 φ_A 的相对标准不确定度

C.2 的标题更改为

在使用稀释混合气的情况下 φ_A 的相对标准不确定度

C.2 中原 ISO 中的公式有三处错误：

$$\begin{aligned} \frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} &= \frac{(q_V)_M + (q_V)_B}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_B}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2 (q_V)_M + \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2 [(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &+ \left[\frac{(q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]} \right]^2 u^2 (\varphi'_A) \\ &= \frac{1}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_B}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2 [(q_V)_M] + \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2 [(q_V)_B] + (q_V)_M^2 u^2 (\varphi'_A) \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_M (q_V)_B}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u[(q_V)_M]}{(q_V)_M} \right]^2 + \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u[(q_V)_B]}{(q_V)_B} \right]^2 + \frac{(q_V)_M^2 u^2 (\varphi'_A)}{(q_V)_M^2 (q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_B}{\varphi'_A} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2 [(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \frac{u(\varphi'_A)}{(q_V)_B} \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_B}{(q_V)_M + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \left[\frac{(q_V)_M + (q_V)_B}{(q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u(\varphi'_A)}{(\varphi'_A)} \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \end{aligned}$$

第一处：公式第二行少了一个平方“2”

第二处：公式第三行少了一个加号“+”

第一处：公式第四行少了一个平方“2”

三、试验验证的分析、综述报告, 技术经济论证, 预期的经济效益、社会效益和生态效益

(1) 试验验证的分析、综述报告, 技术经济论证

详见附件 B。

(2) 预期的经济效益、社会效益和生态效益

热式质量流量控制器动态法制备校准混合气体为混合气体制备的常用方法。本标准详细规定了此方法的原理、装置、制备方法及其可行性分析、混合气体体积或物质的量分数计算方法以及相关不确定度评定过程，并举出了多项示例描述了方法的应用，对该方法的规范使用有着非常重要的意义。在动态制备混合气体时，所选择临界流锐孔的性能参数、原料气体的性质和制备条件、以及制备装置其余各部件的性能状况都影响着最终制备的混合气体的量值准确度。编制相应的标准办法，可为使用此方法的工作提供相应的指导，并与国际方法接轨。

校准用混合气体作为现代工业必不可少的消耗型基础原材料，校准用混合气体质量的提升和使用效果的保证，势必促进我国工业基础能力的提升，故本项目满足我国“工业强基”的要求，对推动我国经济和社会的稳步发展有着十分重要的意义。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准不涉及测试的国外样品、样机的有关数据对比。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本标准等同采用国际标准 ISO 6145-7:2019，为合规采用 ISO 国际国外标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

暂无。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无。

八、涉及专利的有关说明

本标准未涉及专利。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

本标准修改采用 ISO 标准，本次制定的内容已经具有较广泛的应用范围，具有可靠的技术措施保证，建议本标准实施日期为发布后 6 个月。

十、其他应予说明的事项

1. 起草单位的变更

本标准预研时西南院气体事业部做了大量的组织、协调、技术工作，本标准制定计划下达时，西南院为第一起草单位。本标准制定过程中，由于西南院的上级主管部门——中国昊华化工集团股份有限公司对下属公司进行机构改革，西南院气体事业部的业务被划转到昊华气体有限公司，并成立昊华气体有限公司西南分公司（以下简称“西南分公司”）。本标准的主要起草人成为西南分公司的员工，并继续完成本标准的起草工作。本标准送审稿审查时，标准起草工作组特地就上述情况向与会代表作了介绍，并提出将第一起草单位由西南院变更为西南分公司，获得全体代表的同意。鉴于西南院的 XXX 为本标准的起草人，西南院仍为标准起草单位，根据西南院对标准起草所作的贡献，起草单位的排序做调整。

附件 A

起草单位承担的具体工作明细表

序号	单位名称	标准起草人	主要工作
1	昊华气体有限公司西南分公司、西南化工研究设计院有限公司	陈雅丽、唐霞梅	标准起草工作组各单位工作的组织、协调；标准翻译的精校；标准征求意见稿的汇总；标准报批材料的准备和上报
2	中国计量科学研究院	胡树国	标准草案的校核；标准录入；标准中图形的绘制；编制说明的编写；组织标准的试验验证
3	中国测试技术研究院化学研究所	王维康	协助牵头单位讨论和修改标准工作组草案，协助修改标准征求意见稿和送审稿
4	大连大特气体有限公司	李福芬、曲庆	标准第 2 章、第 3 章、附录 A 的翻译；相关的标准、资料的查找
5	华测检测认证集团股份有限公司	蔡金、陈桂林	标准第 4 章、第 5 章、附录 B 的翻译的翻译；相关的标准、资料的查找
6	广东华特气体股份有限公司	陈艳珊	第 6 章的翻译、附录 C 的翻译；参与验证试验
7	江西华特电子化学品有限公司	廖恒易	第 7 章的翻译译；参与验证试验；对第 6 章技术内容负责
8	陕西液化天然气投资发展有限公司	宋旭东	第 8 章的翻译；参与验证试验；对第 6 章技术内容负责
9	四川莱峰流体设备制造有限公司	张波	参与验证试验；校核公式
10	深圳供电局有限公司	唐峰	参与验证试验；校核公式、图、表格；
11	上海华爱色谱分析技术有限公司	方华	参与验证试验、谱图的校核

附件 B

热式质量流量控制器制备校准气体的实验数据

一、主要仪器及试剂

实验使用的仪器为：高精度数字式质量流量控制器（Horiba）；气相色谱仪（岛津 2010）；一氧化碳分析仪（ABB A02020）；硫化氢分析仪（ABB A02020）；气体活塞式流量计（BIOS ML-800-24）。

实验使用的试剂为 CH_4/N_2 2497 $\mu\text{mol/mol}$ ，80.02 $\mu\text{mol/mol}$ ， CH_4/N_2 8.326 $\mu\text{mol/mol}$ ； CO/N_2 30.04% mol/mol ， CO/N_2 0.8039% mol/mol ； $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ 2998 $\mu\text{mol/mol}$ ， $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ 30.06 $\mu\text{mol/mol}$ ，高纯 N_2 （BIP，99.999%，北京氮普北分气体工业有限公司）。

二、实验过程

对量程为 30 和 2000 mL/min 的高精度流量控制器进行流量测试；使用浓度分别为 2497，80.02 和 8.326 $\mu\text{mol/mol}$ CH_4/N_2 对稀释装置进行测试；使用浓度分别为 30.04% 和 0.8039% mol/mol CO/N_2 对稀释装置进行测试；使用浓度分别为 2998，30.06 $\mu\text{mol/mol}$ $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ 对稀释装置进行测试。

三、实验结果

Horiba 高精度数字式 MFC 的标称精度为 $\pm 1\%$ （ \geq 满量程 25%）， $\pm 0.25\%$ （ \leq 满量程 25%），线性度 0.5%，重复性 0.2%。为验证这些参数的可靠性，通过气体活塞式流量计和皂膜流量计对 MFC 进行了测试，结果见表 B.1、2 和图 B.1、B.2。表 B.1 和 B.2 中校准值为经气压和温度修正后的流量值。注：表 B.1 和表 B.2 中设定值为标况下的流量，校准值为根据测定时的温度和压力换算的流量。

表 B.1 量程为 2000 mL/min MFC 的流量测定数据

设定值 (mL/min)	校准值 (mL/min)	重复性	实测值	相对偏差
		(%)	(mL/min)	(%)
100	110.40	0.03%	110.67	0.20%
200	220.72	0.03%	221.00	0.10%
300	331.01	0.01%	331.25	0.10%
400	441.27	0.02%	441.73	0.10%
500	551.47	0.00%	551.87	0.10%
600	661.76	0.00%	661.91	0.00%
700	771.93	0.00%	771.65	0.00%

800	882.19	0.01%	881.52	-0.10%
900	992.28	0.01%	991.48	-0.10%
1000	1102.47	0.01%	1101.42	-0.10%
1100	1212.68	0.01%	1211.23	-0.10%
1200	1322.67	0.01%	1321.00	-0.10%
1300	1432.71	0.01%	1430.88	-0.10%
1400	1542.67	0.01%	1540.42	-0.10%
1500	1652.98	0.01%	1650.45	-0.20%
1600	1762.94	0.01%	1760.42	-0.10%
1700	1872.69	0.01%	1869.45	-0.20%
1800	1982.35	0.01%	1979.00	-0.20%
1900	2092.10	0.00%	2088.47	-0.20%
2000	2202.42	0.01%	2198.73	-0.20%

表 B.2 量程为 30mL/min MFC 的流量测定数据

设定值 (mL/min)	校准值 (cc/min)	重复性 (%)	实测值 (cc/min)	相对偏差 (%)
2	2.115	0.12%	2.118	0.1%
4	4.231	0.18%	4.254	0.5%
6	6.347	0.28%	6.353	0.1%
8	8.461	0.28%	8.427	-0.4%
10	10.575	0.57%	10.605	0.3%
12	12.685	0.49%	12.731	0.4%
14	14.800	0.30%	14.804	0.0%
16	16.896	0.09%	16.978	0.5%
18	19.002	0.26%	19.029	0.1%
20	21.108	0.12%	21.190	0.4%
22	23.625	0.11%	23.723	0.4%
24	25.773	0.19%	25.805	0.1%
26	27.921	0.22%	27.996	0.3%
28	30.068	0.14%	30.145	0.3%
30	32.216	0.25%	32.309	0.3%

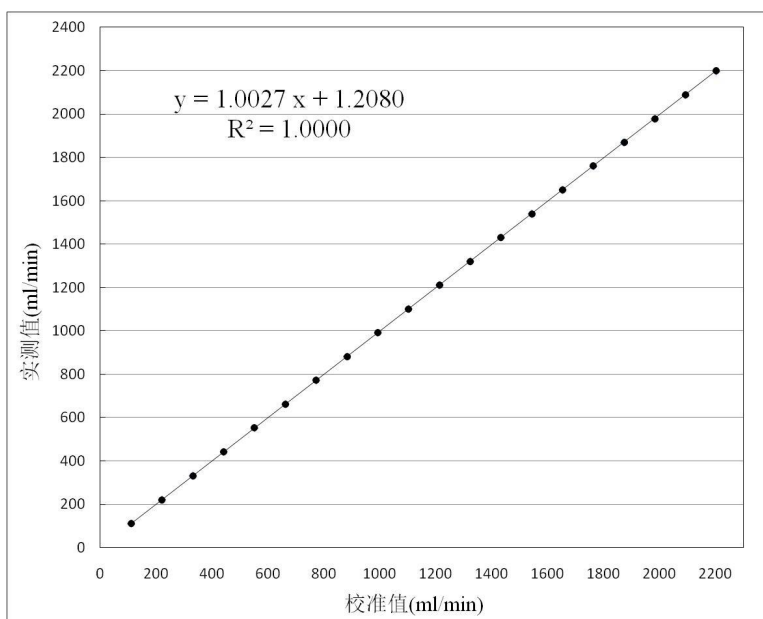


图 B.1 量程为 2000mL/min MFC 的流量测试

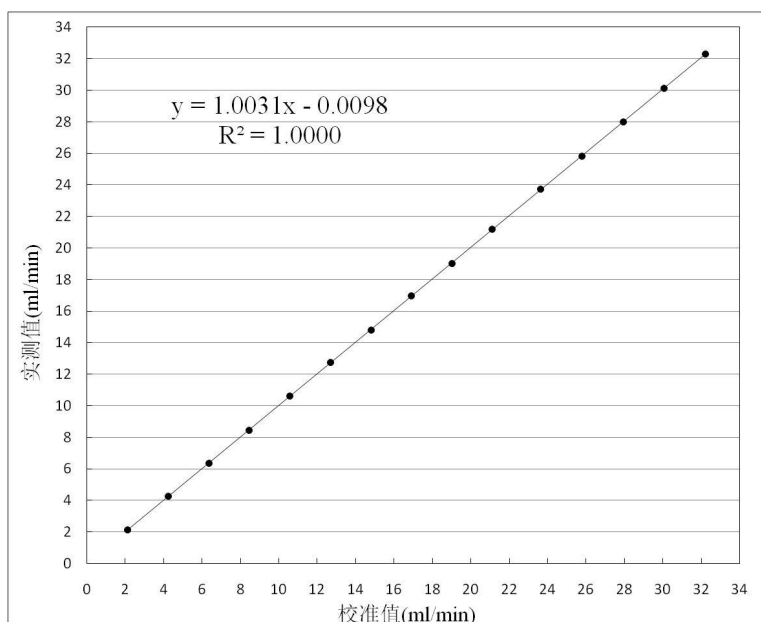


图 B.2 量程为 30mL/min MFC 的流量测试

为了验证稀释装置的线性、重复性和准确度，分别采用了 3 种不同物质和不同进样方式的仪器对稀释装置进行了测试。

利用稀释装置对浓度为 $2496 \mu\text{mol/mol}$ 的 CH_4/N_2 进行稀释，通过气相色谱仪对经不同比例稀释后的气体进行了分析，其结果见表 B. 3 和图 B. 3。以浓度为 80.02 和 $8.326 \mu\text{mol/mol}$ CH_4/N_2 与装置发生的相同浓度的气体进行比对，结果见表 B. 4。表 B. 5 和图 B. 4 给出的是在固定稀释比例不变的情况下改变 MFC 流量，对稀释结果的影响，图 B. 4 中的相对偏差根据公式 (B. 1) 进行计算。表 B. 4 中 A 为稀释比例为 31.2:1 气体的色谱峰面积； B 为 $80.02 \mu\text{mol/mol}$ CH_4/N_2

的色谱峰面积； C 为稀释比例为 300:1 气体的色谱峰面积； D 为 8.326 $\mu\text{mol/mol}$ CH_4/N_2 的色谱峰面积。

$$\text{相对偏差 (\%)} = \frac{A_i - \bar{A}}{\bar{A}} \times \% \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

A_i ——单次进样的峰面积；

\bar{A} ——第 1 和 6 次进样峰面积之和的平均值。

表 B.3 浓度为 2496 $\mu\text{mol/mol}$ CH_4/N_2 稀释后的气体在气相色谱上分析的结果

MFC1 (mL/min)	MFC2 (mL/min)	稀释 比例	稀释后浓 度 ($\mu\text{mol/mol}$)	色谱峰面积($\mu\text{V}\cdot\text{s}$)						相对 标准 偏差	
				1	2	3	4	5	6		平均值
6	1794	300:1	8.323	3352.1	3327.8	3349.9	3331.8	3338.6	3355.2	3342.6	0.34%
10	990	100:1	24.97	10053.6	10017.8	10017.3	10059.3	10069.6	10054.6	10045.4	0.22%
20	1180	60:1	41.62	16839.1	16848.6	16893.1	16819.8	16857.2	16905.1	16860.5	0.19%
20	838	42.9:1	58.21	23589.3	23614.8	23606.7	23526.5	23579.1	23552.2	23578.1	0.14%
20	580	30:1	83.23	33810.2	33787.6	33794.6	33723.1	33676.7	33779.5	33762.0	0.15%

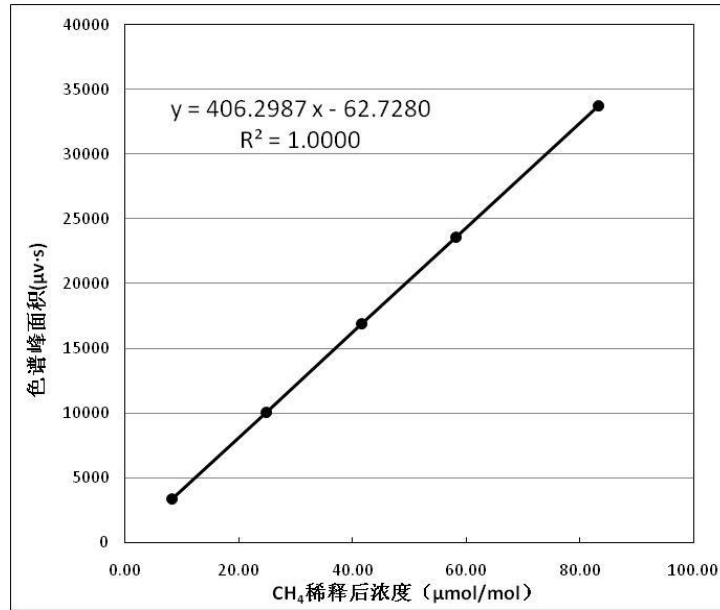


图 B.3 CH₄/N₂ 稀释后浓度与峰面积的对应关系

表 4 稀释后的 CH₄/N₂ 与重量法制备的校准用混合气体的组分含量分析结果比较

稀释流量设定		稀释比例	稀释后浓度	校准后浓度	相对偏差
MFC1 (mL/min)	MFC2		(μmol/mol)		
20	604	31.2:1	80.00	79.62	-0.5%
6	1796	300:1	8.311	8.302	-0.1%
进样次数	色谱峰面积(μv*s)				D
	A	B	C		
1	32424.2	32729.9	3361.6	3343.5	
2	32462.3	32660.2	3351.1	3363.0	
3	32486.5	32649.4	3341.2	3362.2	
4	32521.1	32665.3	3355.9	3350.9	
5	32568.0	32638.3	3346.9	3357.8	
6	32569.9	32666.9	3336.3	3374.9	
平均值	32505.3	32668.3	3348.8	3358.7	
相对平均偏差	0.2%	0.1%	0.3%	0.3%	

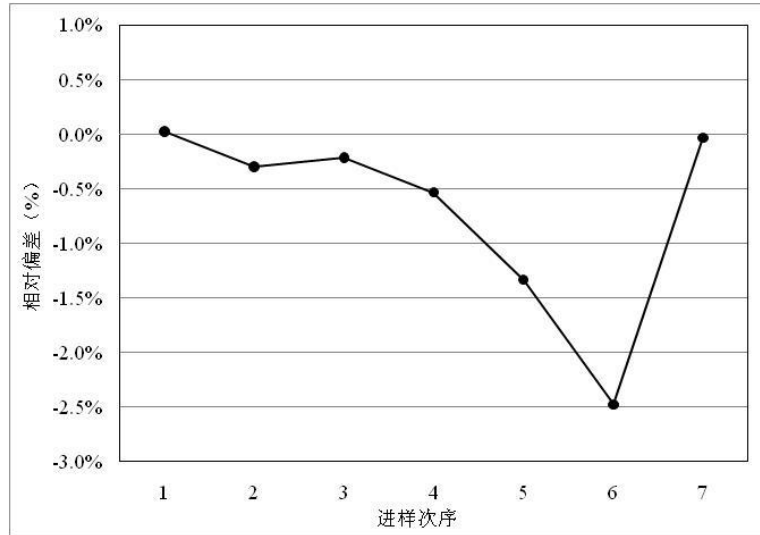


图 B.4 相同比例不同流量下的稀释结果比较

表 B.5 相同稀释比例不同流量下 CH₄/N₂ 稀释后在气相色谱上的色谱峰面积比

进样次序	MFC1	MFC2	稀释比例	校准后浓度 (μmol/mol)	色谱峰面积(μv·s)						平均值	相对标准偏差
	(mL/min)				1	2	3	4	5	6		
1	6	1794	300:1	8.323	3361.6	3351.1	3341.2	3355.9	3346.9	3336.3	3348.8	0.3%
2	5	1495		8.298	3341.7	3348.7	3328.1	3347.7	3346.3	3315.3	3338.0	0.4%
3	4	1196		8.305	3335.8	3350.5	3322.7	3360.1	3350.2	3325.3	3340.8	0.5%
4	3	896		8.279	3329.9	3332.2	3338.3	3343.7	3319.8	3316.5	3330.1	0.3%
5	2	598		8.212	3291.6	3324.6	3289.5	3322.4	3295.2	3296.6	3303.3	0.5%
6	1	299		8.117	3261.6	3244.6	3259.8	3264.6	3267.5	3292.2	3265.1	0.5%
7	6	1794		8.323	3356.3	3336.5	3336.7	3338.6	3365.1	3348	3346.9	0.4%

注：“校准后浓度”是以第 1 次和第 7 次进样结果为标准得到的。

利用稀释装置对浓度为 30.04% mol/mol CO/N₂ 进行稀释，通过一氧化碳分析仪（以浓度为 0.8039% mol/mol CO/N₂ 为标准校准仪器）对不同比例稀释后的气体进行了分析，结果见表 B. 4 和图 B. 4。

表 6 浓度为 30.04% mol/mol CO/N₂ 稀释后在一氧化碳分析仪上的分析仪结果

稀释比例	稀释流量设定		稀释后浓度	仪器示值	相对偏差
	MFC1	MFC2			
	(mL/min)		(mol/mol)		
300:1	6	1794	0.100%	0.101%	0.9%
300:1	5	1495	0.100%	0.101%	0.9%
300:1	4	1196	0.100%	0.100%	-0.1%
100:1	10	990	0.300%	0.301%	0.2%
100:1	15	1485	0.300%	0.301%	0.2%
100:1	20	1980	0.300%	0.301%	0.2%
60:1	10	590	0.501%	0.501%	0.1%

60:1	15	885	0.501%	0.501%	0.1%
60:1	20	1180	0.501%	0.501%	0.1%
42.8:1	10	418	0.702%	0.702%	0.0%
42.9:1	15	628	0.701%	0.701%	0.0%
42.9:1	20	837	0.701%	0.701%	0.0%
30:1	10	290	1.001%	1.000%	-0.1%
30:1	15	435	1.001%	0.998%	-0.3%
30:1	20	580	1.001%	0.998%	-0.3%

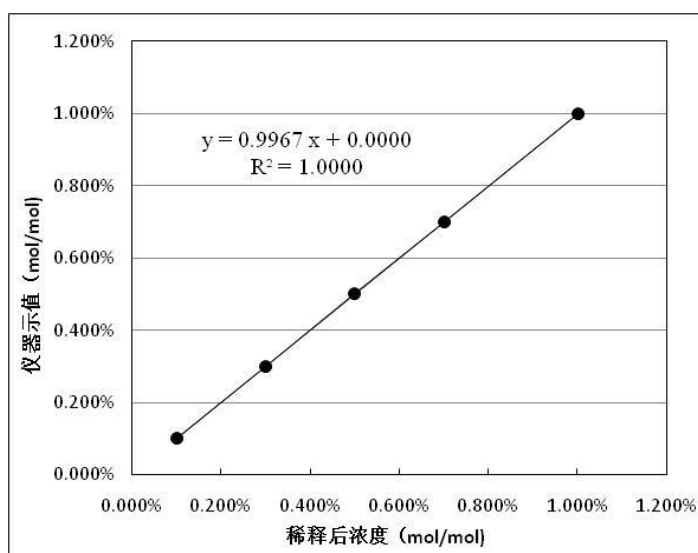


图 B.5 CO/N₂ 稀释后浓度与仪器示值的对应关系

利用稀释装置对浓度为 2998 $\mu\text{mol/mol}$ H₂S /N₂ 进行稀释，通过硫化氢分析仪（以浓度为 30.06 mol/mol H₂S /N₂ 为标准校准仪器）对不同比例稀释后的气体进行了分析，结果见表 B. 7 和图 B. 5、图 B. 6。

表 B. 7 浓度为 2998 $\mu\text{mol/mol}$ H₂S/N₂ 稀释后在硫化氢分析仪上的分析结果

稀释比例	稀释流量设定		稀释后浓度	仪器示值	相对偏差
	MFC1	MFC2			
	(mL/min)		(mol/mol)		
300:1	3	897	9.99	10.0	0.1%
299:1	4	1190	10.04	10.0	-0.4%
300:1	5	1495	9.99	10.0	0.1%
298:1	6.6	1960	10.06	10.0	-0.6%
100:1	10	990	29.98	29.8	-0.6%
100:1	15	1485	29.98	29.8	-0.6%
100:1	20	1980	29.98	29.9	-0.3%
60:1	10	590	49.96	49.8	-0.3%
60:1	15	885	49.96	49.7	-0.5%
60:1	20	1180	49.96	49.7	-0.5%
60:1	30	1769	49.99	49.6	-0.8%
42.9:1	15	628	69.93	69.4	-0.8%
42.9:1	20	837	69.96	69.6	-0.5%

42.8:1	25	1045	70.04	69.8	-0.3%
42.8:1	30	1254	70.04	69.7	-0.5%
42.9:1	20	580	99.93	99.3	-0.6%
42.8:1	25	724	100.06	99.6	-0.5%
42.8:1	30	870	99.93	99.4	-0.5%

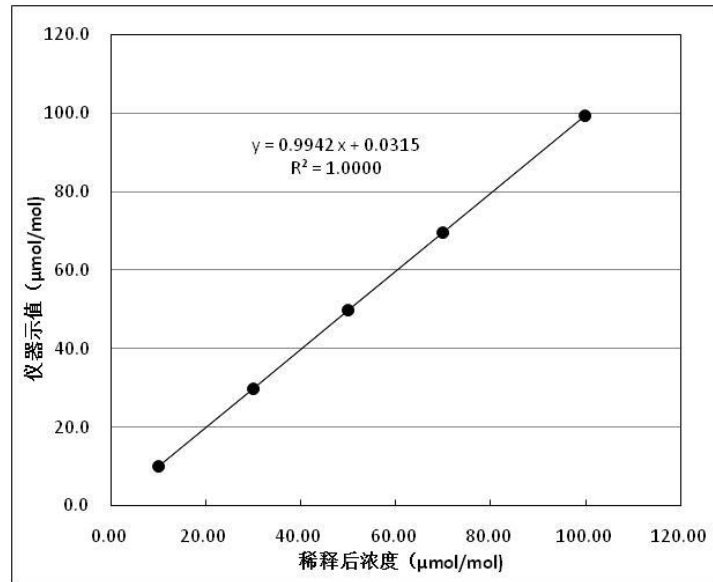


图 5 浓度为 2998 $\mu\text{mol/mol}$ $\text{H}_2\text{S}/\text{N}_2$ 稀释后浓度与仪器示值的对应关系