

中 华 人 民 共 和 国

国家计量检定规程

**完全吸收式
电解法微量水分分析仪**

JJG 500—87

(试 行)

目 录

一	概述	(1)
二	技术要求	(2)
三	检定条件	(3)
	(一) 环境条件	(3)
	(二) 检定设备	(3)
四	检定项目	(4)
	(一) 外观检查	(4)
	(二) 电路检查	(4)
	(三) 气密性检查	(4)
	(四) 电解池性能检查	(4)
	(五) 技术文件检查	(5)
五	检定方法	(5)
	(一) 检定前的准备工作	(5)
	(二) 检定	(5)
六	检定结果处理和检定周期	(6)
附录 1	确定仪器本底的方法	(8)
附录 2	检定证书背面格式	(9)

完全吸收式电解法微量水分
分析仪试行检定规程

Verification Regulation of Analytical
Instrument of Trace Water by
Electrolytic Method



JJG 500—87

本检定规程经国家计量局于1987年5月23日批准，并自1988年4月1日起施行。

归口单位： 中国计量科学研究院

起草单位： 中国计量科学研究院

本规程技术条文由起草单位负责解释。

本规程主要起草人:

王信芳 (中国计量科学研究院)

参加起草人:

杨国栋 (中国计量科学研究院)

完全吸收式电解法

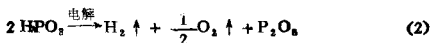
微量水分分析仪试行检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的完全吸收式电解法微量水分分析仪（以下简称“仪器”）的检定。

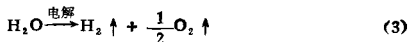
一 概 述

完全吸收式电解法微量水分分析仪广泛用于石油、化工、电子、电力、冶金等工业部门进行气体中微量水分的检测及工艺流程中的连续测量

该仪器系采用库仑法测量气体中微量水分（0~1 000 ppm_v），其原理为：被测气体流经一个特殊结构的电解池，其水分被池内作为吸湿剂的 P₂O₅ 膜层吸收，并被电解为氢和氧排出，P₂O₅ 得以再生。反应过程可表示为：



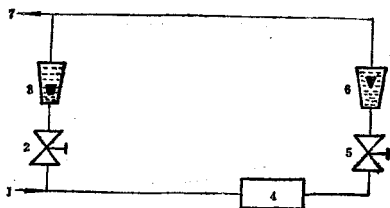
合并 (1)、(2) 得



被测气体中所含的水分将全部被 P₂O₅ 膜层吸收，并全部被电解。当吸收和电解过程达到平衡时，电解电流正比于气体中的水分含量。此即为该仪器的定量基础。

若已知环境温度，压力和被测气体流量，根据法拉第电解定律和气体状态方程式可导出电解电流 I 与被测气体含水量之间的关系为：

$$I = \frac{QPT_0 FV_r 10^{-4}}{3 P_0 TV_0} \mu A \quad (4)$$



完全吸收式电解法微量水分

分析仪典型流程示意图

- 1—被测气体入口； 2—旁通流量阀； 3—旁通流量计；
4—电解池； 5—测试流量阀； 6—测试流量计；
7—被测气体出口

亦可简化为：

$$I = 1.4358 \times 10^{-1} V_r Q \frac{PT_0}{P_0 T} \mu A \quad (5)$$

- 式中：
 V_r ——被测气体中水蒸气含量 (ppm_v)；
 Q ——被测气体流量 (ml/min)；
 P ——大气压力 (Pa)；
 P_0 ——标准大气压 (101 325 Pa)；
 T ——环境温度 (K)；
 T_0 ——临界绝对温度 (273.15 K)；
 F ——法拉第常数 (96 484.56 C)。

二 技术要求

1 外观要求与初步检查

- 1.1 仪器应有型号、编号、制造厂名、出厂日期等标志。
 1.2 仪器的表面涂层色泽均匀，不得有明显划痕、裂纹和起泡等

现象 (适用于新仪器)。

1.3 仪器的仪表刻度或数字显示应清晰, 指针不得弯曲, 并指零。

1.4 仪器外壳上的零部件应完好、齐全。

1.5 接通电源后, 电路系统应正常。

1.6 仪器的气路系统不得泄漏。

1.7 技术文件应齐全。

2 电解池要求

电解池应能正常工作, 达到被测气体含水量变化的 63%, 示值上升和下降均不大于 5 min。

3 技术指标

3.1 测量范围: 0~1 000 ppmv

3.2 允许误差

0~30 ppmv, 引用误差 $\leq \pm 10\%$

30~1 000 ppmv, 引用误差 $\leq \pm 5\%$

三 检定条件

(一) 环境条件

4 环境温度: 室温 (室内不得受阳光直接照射, 且无较强热源的影响)。

5 环境湿度: 相对湿度 $< 80\%$ 。

6 仪器应放在平稳的工作台上。

(二) 检定设备

7 标准湿度发生器

凡是能发生含水量在 1~1 000 ppmv, 不确定度 $\leq \pm 4\%$ 的恒湿气流湿度发生器, 均可用来检定仪器。本规程以水渗透管 (内、外渗式) 配气装置为例加以说明。

7.1 不确定度为 $\pm 4\%$ 的内外渗式水渗透管动态配气装置各一套, 它们所发生的标准湿气, 其含水量分别为 3~80 ppmv 和 50~2 000 ppmv。

7.2 载气源：系采用钢瓶氮气（应除油），并有相应的稳压装置。

7.3 干燥系统一套，干燥后的氮气含水量 ≤ 1 ppmv。

7.4 流量为 $0\sim 2$ L/min的质量流量控制器一台，经逐点校准，准确度优于 $\pm 1\%$ 。

7.5 流量示值亦可用测量值的准确度为 0.5% 的数字电压表指示。

7.6 皂膜流量计一支，经标定，不确定度应为 1% 。

7.7 量值为 $50\sim 100^{\circ}\text{C}$ ，分度值为 0.1°C 的水银温度计各一支。

7.8 秒表一只。

7.9 U形压力计一套（试漏用）。

四 检 定 项 目

（一）外观检查

8 根据技术要求1.1~1.3对仪器外观进行目测检查。

9 检查仪器的开关、旋钮、插头、插座阀件、流量计等是否紧固、完好、齐全。

（二）电路检查

10 接通电源，观察指示灯，指示仪表是否正常。如有指示，说明电路已接通。

（三）气密性检查

11 用U形压力计对管道接头、阀门、电解池等部件进行气密性检查。

（四）电解池性能检查

12 在检定过程中如有以下情况发生，需进行电解池性能检查。

12.1 在本底值测试后，将标准湿气通入电解池5 min后，示值不能达到标准值的 $60\sim 63\%$ 。

12.2 仪器在正常检定过程中，突然出现较大的示值，在排除其他可能发生的原因后，示值仍不变。

12.3 电解池短路现象的检查。

(五) 技术文件检查

13 新产品应有产品合格证及使用说明书(包括转子流量计校准曲线);对使用过的仪器,除有上述文件外,还应有上次的检定证书或维修记录等。

五 检定方法

(一) 检定前的准备工作

14 气路系统

14.1 选用 $\phi 3 \times 0.5$ mm 内抛光不锈钢管或 $\phi 4 \times 1$ mm 聚四氟乙烯管。忌用塑料管或橡胶管等渗透性大或易吸附水分的管材。

14.2 气路应尽可能短。阀门、管件应尽可能少,使用前应清洗、吹干。气路安装后要进行气密性检查。

15 流量计的标定

15.1 用皂膜流量计标定仪器中用于计量“测试”流量的转子流量计。要求标定 100 ml/min、50 ml/min,每点测 5~7 个数据,并求出平均值。测量时,流量应稳定,转子跳动不得超过刻度 $\pm 1/2$ 格。

15.2 被检仪器的“旁通”流量应控制在 1 L/min。因“旁通”流量要求不严,可直接查该仪器所附的流量曲线图即可。

(二) 检定

16 测量本底值

16.1 用干气吹洗气路系统(包括仪器内部的气路系统)。

16.2 准确调节“测试”流量至 100 ml/min,“旁通”流量为 1 L/min。当仪器示值降至 5 ppmv 以下(越低越好)且比较稳定时,记下此值,即认为是本底值。

17 示值检定一般按含湿量从低到高的测量顺序进行,以检定五个湿度值为宜(包括本底一个点)。检定步骤如下:

17.1 调节质量流量控制器的设定值,使载气流量达到所需的数值。

17.2 将水渗透管放入动态配气装置的恒温槽中,待平衡 1.0~

1.5 h 后, 开始记录仪器的示值。

17.3 每隔 5 min 记录一次。当仪器示值较稳定后, 再记录一次, 并取最后记录的那个数据为表头示值。该值减去本底值即为该检定点的测得值。

17.4 用更换水渗透管或改变载气流量的方法, 即可改变标准湿气的浓度, 重复 17.1~17.3 进行多点检定。

17.5 内渗式水渗透管配气装置所发生的标准湿气的浓度按式 (6) 计算:

$$V_r = \frac{RV_{H_2O}}{QM_{H_2O}}, \text{ ppm}_v \quad (6)$$

式中: R ——水渗透管的渗透率 ($\mu\text{g}/\text{min}$);

V_{H_2O} ——水蒸气的摩尔体积 (L/mol);

M_{H_2O} ——水的摩尔质量 (g/mol);

Q ——载气流量 (L/min);

18 用外渗式水渗透管配气装置进行检定时, 其主要方法和内渗式水渗透管动态配气装置基本相同, 它所发生的标准湿气的含水量可直接由工作曲线查到, 或按提供的公式计算。

19 数据计算

测得值 = 表头示值 - 本底值*

绝对误差 = 测得值 - 标准值

$$\text{引用误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{满量程}} \times 100\%$$

不超过本规程所规定的允许误差范围为合格。

六 检定结果处理和检定周期

20 经检定符合本规程要求的完全吸收式电解法微量水分分析仪发给检定证书 (附录 2); 经检定不合格的仪器发给检定结果通知书。

* 确定本底的方法见附录 1。

21 完全吸收式电解法微量水分分析仪的检定周期一般为一年，实行强制检定时，不得超过一年。

附录 1

确定仪器本底的方法

1 把经分子筛和五氧化二磷干燥后的氮气，通入电解池作较长时间的吹洗。通常，仪器的示值会降到 5 ppm_v 以下的某一稳定值，即可认为是仪器的本底（事实上，它等于仪器本底加干气本底和气路系统本底）。用此法虽引入一个正偏差，但因操作简便，只要气路和干气的本底小于 1 ppm_v ，这方法还是实用的。

2 当含湿量较高时（ 50 ppm_v 以上），可采用如下方法确定仪器本底。即准确调节“测试”流量为 50 ml/min 和 100 ml/min ，“旁通”流量为 1 L/min ，在仪器上读出相应的稳定示值。将 50 ml/min 的示值乘以 2 倍，减去 100 ml/min 的示值即为仪器的本底值（本底值 = $2 \times 50 \text{ ml/min}$ 的示值 - 100 ml/min 的示值）。

附录 2

检定证书背面格式

检 定 结 果

一、标准源

二、检定结果

序号	标准值 ppmv	仪器测得值 ppmv	绝对误差 ppmv	引用误差 %	备注

注：下次送检时请带此证书。