

9507631

UDC 543.27
G 86



中华人民共和国国家标准

GB/T 14852—93

气体中微量氧的测定 黄磷发光法

Determination of trace oxygen in gases—
Phosphor chemiluminescence method



1993-12-30 发布

1994-10-01 实施

国家技术监督局 发布

(京)新登字 023 号

GB/T 14852—93

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
气 体 中 微 量 氧 的 测 定
黄 磷 发 光 法

GB/T 14852—93

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1994 年 7 月第一版 1994 年 7 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-10756 定价 1.50 元

*

标 目 243—51



中华人民共和国国家标准

气体中微量氧的测定 黄磷发光法

GB/T 14852-93

Determination of trace oxygen in gases—
Phosphor chemiluminescence method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了气体中微量氧的测定方法、对仪器的要求、测定条件、步骤及结果处理。

本标准适用于氮、氩等气体中微量氧的测定。测定范围为 $(0.3 \sim 10) \times 10^{-6} (V/V)$ 。加上安全措施后,本标准也适用于氢气中微量氧的测定。

2 引用标准

GB/T 3723 工业用化学产品采样的安全通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6681 气体化工产品采样通则



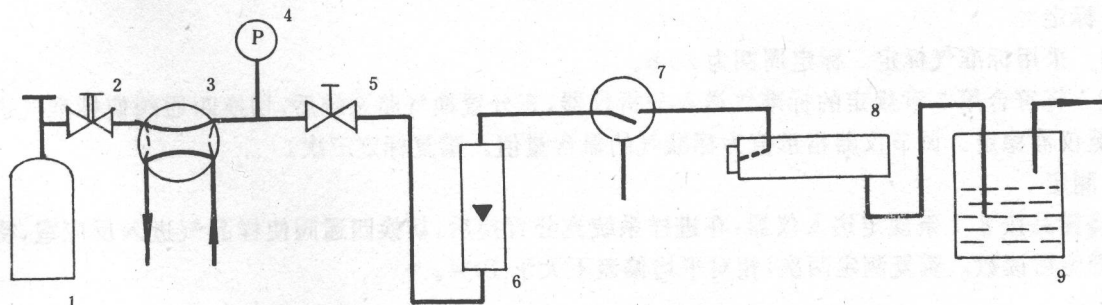
3 方法原理

本法是利用黄磷与氧反应发光的原理。采用光电转换装置将发光强度转变为电流,在一定范围内,电流与氧的浓度成一定的函数关系,由此测定气体中氧的含量。

4 仪器

仪器的最低检测量为 $0.3 \times 10^{-6} (V/V)$ 。

仪器气路流程示意图如下图所示:



1—样品气; 2—高压针形阀; 3—四通阀; 4—压力表; 5—针形阀;
6—流量计; 7—电磁阀; 8—反应室; 9—吸收瓶

5 测定条件

- 5.1 样品气流量:500~700 mL/min,样品气流量与标准气流量相同。
- 5.2 样品气压力: <0.1 MPa。
- 5.3 仪器的操作条件按仪器使用说明书和检测灵敏度选定。

6 准备工作

6.1 黄磷盒的准备

用50℃左右的清水使黄磷融化于黄磷空盒内并填平,待冷却凝固后用刀片刮净表面的氧化物待用。

6.2 仪器的准备

连接好电源和气路各接头,气路系统应无泄漏。用样品气置换气路系统,将准备好的黄磷盒装上仪器,调节流量至规定值。开启仪器电源,按仪器说明书和检测灵敏度的要求选定操作条件,至仪器工作稳定。

7 标准气

- 7.1 标准气应符合《国家实物标准暂行管理办法》的规定。
- 7.2 标准气中氧的浓度与待测样品气中氧的浓度应相近,通常不大于被测样品中氧浓度的2倍,也不小于被测样品中氧浓度的0.5倍。
- 7.3 标准气的稀释气与待测样品气相同,标准气的氧浓度应对应于分析仪器量程。分别约为 $0.8 \times 10^{-6}(V/V)$ 、 $4.0 \times 10^{-6}(V/V)$ 、 $8.0 \times 10^{-6}(V/V)$ 左右各一瓶。

8 测定步骤

8.1 采样

- 8.1.1 采样中的安全事项应符合GB/T 3723的规定。
- 8.1.2 气体样品的采样原则及一般规定应符合GB/T 6681的规定。
- 8.1.3 压缩气体的采样必须使用高压针形阀,用样品气以三次升、降压的方法充分置换后送入分析仪器。
- 8.1.4 液化气采样应符合GB/T 6680第6章的规定。
- 8.1.5 管道中气体的采样应使用尽可能短的金属连接管,将样品直接送入分析仪器。

8.2 标定

- 8.2.1 采用标准气标定。标定周期为24 h。
- 8.2.2 将符合第7章规定的标准气送入分析仪器,充分置换气路系统后,切换四通阀使标准气进入反应室至仪器稳定。调节仪器指示值为标准气的氧含量值。重复标定三次。

8.3 测定

将样品按8.1条规定送入仪器,在进样系统充分置换后,切换四通阀使样品气进入反应室,待仪器指示稳定后读数。重复测定两次,相对平均偏差不大于10%。

9 结果表示

取两次重复测定结果的算术平均值作为测定结果。
单次测定值与平均值的相对偏差不大于10%。

10 报告

报告应包括下列内容:

- a. 有关样品的全部资料。例如样品的名称、编号、采样点、采样日期和时间等；
 - b. 分析结果：氧的浓度， 10^{-6} (V/V)；
 - c. 分析人员姓名；
 - d. 分析日期；
 - e. 不包括在本标准中的其他操作及说明等。
-

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部西南化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人金培云、董铎。