



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 916—1996

气敏色谱法微量氢测定仪

Gas - Sensitive Chromatograph for
Measuring Trace Hydrogen

1996 - 11 - 19 发布

1997 - 05 - 01 实施

国家技术监督局 发布

气敏色谱法微量氢测定仪

检 定 规 程

Verification Regulation of Gas - Sensitive Chromatograph for Measuring Trace Hydrogen

JJG 916—1996

本检定规程经国家技术监督局于 1996 年 11 月 19 日批准，并自 1997 年 05 月 01 日起施行。

归口单位：上海市技术监督局

起草单位：国家标准物质研究中心

本规程技术条文由起草单位负责解释

本规程主要起草人：

盖良京 （国家标准物质研究中心）

参加起草人：

梁建平 （国家标准物质研究中心）

蒋栋梁 （国家标准物质研究中心）

乔 勇 （北京东仪公司）

目 录

一 概述	(1)
二 技术要求	(1)
三 检定条件	(2)
四 检定项目和检定方法	(2)
五 检定结果处理和检定周期	(4)
附录 1 检定证书和检定结果通知书 (背面) 格式	(5)
附录 2 检定记录格式	(6)

气敏色谱法微量氢测定仪检定规程

本规程适用于新制造、使用中和修理后的气敏色谱法微量氢测定仪（包括工业型和医用型微量氢测定仪）的检定。

一 概 述

气敏色谱法微量氢测定仪（以下简称仪器）是利用二氧化锡气敏半导体元件为检测器的分析仪器。含氢气样经色谱柱分离后，氢由载气带入检测器，仪器响应值与氢气含量成一定的比例关系，可以用来进行定量分析。

仪器由气路系统、进样系统、分离系统、检测系统和记录或显示仪表组成。

二 技术要求

1 技术指标

1.1 新制造仪器的基线噪声、基线漂移、检测限均应符合其说明书的要求。

定量重复性、载气流量测量重复性、衰减器误差和线性范围项目的检定应符合表1的技术指标。

1.2 使用中和修理后仪器的检定应符合表1的技术指标。

表1 主要技术指标

技术指标 检 定 项 目	类 型	
	工业型	医 用 型
测量范围 $x(\text{H}_2)$		
	$(0\sim 10) \times 10^{-6}$	记录式 $(0\sim 100) \times 10^{-6}$ 数显直读式
1 基线噪声	$\leq 0.2 \text{ mV}$	$\leq 0.2 \text{ mV}$ —
2 基线漂移	$\leq 0.5 \text{ mV}/30 \text{ min}$	$\leq 0.6 \text{ mV}/30 \text{ min}$ —
3 载气流量测量重复性	$\leq 1\%$	$\leq 1\%$
4 检测限	1.0×10^{-7}	5.0×10^{-7}
5 衰减器误差	优于 $\pm 2\%$	优于 $\pm 2\%$
6 定量重复性	$\leq 3\%$	$\leq 5\%$
7 线性范围	$\geq 8 \times 10^{-6}$	$\geq 35 \times 10^{-6}$ —
8 最大允许误差	—	— * $\pm 1 \times 10^{-6} \text{ mol/mol}$ 或 ** $\leq \pm 5\%$

注：* 测量范围小于 20×10^{-6} 时，以绝对误差表示；
* * 测量范围在 $(20\sim 100) \times 10^{-6}$ 时，以测量点相对偏差表示；
* * * 本规程中氢气的摩尔分数 $x(\text{H}_2)$ 均以 mol/mol 表示。

三 检定条件

2 检定环境和仪器安装要求

2.1 检定环境

2.1.1 环境温度：5~35℃。

2.1.2 相对湿度：不超过 80% RH。

2.1.3 应无强烈的机械振动和电磁干扰。

2.1.4 室内不得存放与实验无关的易燃、易爆和强腐蚀性气体。

2.2 仪器安装要求

2.2.1 仪器应平稳而牢固地安置在工作台上，电缆线的接插件应紧密连接，接地良好。

2.2.2 气体管路应使用不锈钢管、聚四氟乙烯管。

2.2.3 电源要求：电源电压、电源频率应符合仪器说明书要求。

2.2.4 绝缘电阻：仪器不接电源，电源开关处于接通位置，用 500 V 绝缘电阻表测量电源进线与外壳之间的绝缘电阻，应不小于 20 MΩ。

2.3 检定设备

2.3.1 与仪器配套使用的记录器须经计量检定合格。

2.3.2 秒表：分度值不大于 0.01 s。

2.3.3 注射器：1 mL，须经计量检定合格；或六通阀定量取样。

2.3.4 皂膜流量计：须经计量检定合格。

2.3.5 数字多用表：五位半。

2.4 标准物质

2.4.1 H₂/N₂、H₂/Air 的 5 种不同含量气体标准物质（见表 2）。

表 2 H₂ 组分含量的选取

类 型 测 量 范 围 h	工 业 型	医 用 型
	(0~10) × 10 ⁻⁶	(0~100) × 10 ⁻⁶
1	0.5 × 10 ⁻⁶	1.0 × 10 ⁻⁶
2	2.0 × 10 ⁻⁶	5.0 × 10 ⁻⁶
3	4.0 × 10 ⁻⁶	10.0 × 10 ⁻⁶
4	6.0 × 10 ⁻⁶	20.0 × 10 ⁻⁶
5	8.0 × 10 ⁻⁶	35.0 × 10 ⁻⁶

四 检定项目和检定方法

3 一般检查

- 3.1 仪器应有下列标志：仪器名称、型号、制造厂名称、出厂日期和编号。
- 3.2 在检定操作条件下，检查气源至仪器所有气体通道的接头，应无泄漏。保证气密性良好。
- 3.3 仪器的各调节器应能正常调节，各调节旋钮、按键和开关均能正常工作，无松动现象，指示灯指示灵敏。
- 4 载气流量测量重复性检定

选择适当的载气流速，待气流稳定后用皂膜流量计测量，连续测量6次，其相对标准偏差不大于1%。

5 衰减器误差检定

在检测器性能检定的条件下，检查与检测器相应的衰减器误差，待仪器稳定后，把仪器信号输出端连接到数字多用表上，衰减为1时，测其电压值，再把衰减置于各衰减档，依次测量其对应的电压值。衰减器误差应小于2%。依(1)式计算衰减器误差：

$$\Delta_k = \frac{kR_k - R_0}{R_0} \quad (1)$$

式中： Δ_k ——衰减器误差，%；

R_k ——衰减为 $1/k$ 时的响应值，mV；

k ——衰减倍数；

R_0 ——衰减为1时对应的响应值，mV。

6 基线噪声和基线漂移检定

6.1 仪器的工作条件

6.1.1 色谱分离柱：13 X 分子筛或5 A 分子筛，内径为2~3 mm，长为1~2 m 不锈钢柱。

6.1.2 载气：

(1) 工业型采用高纯氧

经纯化后，氢含量不大于 5.0×10^{-8} ，载气流量为10~20 mL/min。

(2) 医用型采用空气（抽气泵抽取）

经纯化后，氢含量小于 1.0×10^{-7} ，载气流量为20~30 mL/min。

6.1.3 加热电流和工作电压调至最佳值。

6.2 将衰减器置于最灵敏档，用零位调节器调节，使输出信号在记录器的中间位置，待基线稳定后，记录基线30 min，测量并计算基线噪声和基线漂移。

7 检测限的检定

在6.1仪器工作条件下，用气体进样器或校准的毫升注射器进样 H_2 组分摩尔分数为 2×10^{-6} 的气体标准物质1 mL，连续进样6次，测量结果的相对标准偏差应小于2%（计算公式参见式(2)）。

注：在使用高纯氧为载气情况时，气体标准物质为 H_2/N_2 ；

在使用真空泵抽取空气作为载气时，气体标准物质为 H_2/Air 。

检测限依式 (2) 计算:

$$D = 2N \cdot x / (h \cdot k) \quad (2)$$

式中: D ——检测限 ($\times 10^{-6}$);

N ——基线噪声 (mV);

h ——在仪器衰减 k 下测得的 H_2 组分响应值 (mV);

x ——气体标准物质 H_2 组分的摩尔分数 ($\times 10^{-6}$);

k ——仪器衰减倍数。

8 定量重复性检定

在 6.1 仪器工作条件下, 以 H_2 组分响应值 (峰高: mm), 重复测量 6 次, 以测量值的相对标准偏差 C_V 表示。依公式 (3) 计算:

$$C_V = \sqrt{\frac{\sum (R_i - \bar{R})^2}{n - 1}} \times \frac{1}{\bar{R}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: C_V ——相对标准偏差 (%);

n ——测量次数;

R_i ——第 i 次测量的峰高;

\bar{R} —— n 次测量峰高的算术平均值。

9 线性范围检定

在第 6.1 条仪器工作条件下, 根据所用的 H_2 组分在不同测量挡其含量的测量范围, 选择 5 个不同含量 H_2 的气体标准物质 (见表 2), 依次测量对应点 H_2 组分的响应值, 各点重复测量 3 次, 取其平均值, 做 H_2 组分含量对仪器响应值的标准曲线, 用最小二乘法计算出线性方程及相关系数, 其相关系数应大于 0.99, 给出所对应的氢组分含量范围。

标准曲线下限氢组分含量点所对应的响应值不小于 0.2 mV。

10 对医用型数显直读式微量氢测定仪最大允许误差的检定

10.1 最大允许误差

10.1.1 在小于 20×10^{-6} 测量范围内, 以氢含量 5×10^{-6} 气体标准物质注入 1 mL, 重复测量 6 次, 取其平均值, 最大允许误差不超过 $\pm 1 \times 10^{-6}$ 。

10.1.2 在 $(20 \sim 100) \times 10^{-6}$ 测量范围内, 以氢含量 5×10^{-5} 气体标准物质注入 1 mL, 重复测量 6 次, 取其平均值, 最大相对偏差不超过 $\pm 5\%$ 。

五 检定结果处理和检定周期

按本规程检定合格的仪器发给检定证书, 不合格的仪器发给检定结果通知书。检定周期定为 1 年。

附录 1

检定证书和检定结果通知书（背面）格式

检定结果

- 1 外观：
- 2 基线噪声：
- 3 基线漂移：
- 4 载气流量测量重复性：
- 5 检测限：
- 6 定量重复性：
- 7 衰减器误差：
- 8 线性范围：
- 9 示值误差：

附录 2

检定记录格式

检定日期				温度/℃		
送检单位				仪器型号		
生产厂家		出厂编号		设备编号		
外观检查						
载气流量				平均值		
$Q / (\text{mL} \cdot \text{min}^{-1})$				C_V		
色谱分离柱						
加热电流/mA		工作电压/V		工作电流/ μA		
性能 检 定	记录器型号			灵敏度		
	基线噪声			衰 减		
	基线漂移			衰 减		
	检 测 限	标准物质名称			含 量	
		衰 减				
		H_2 响应值 /单位:				
		平均值/ $x(\text{H}_2)$			C_V	
	衰减器误差					
	线 性 范 围	$x(\text{H}_2)/10^{-6}$				
		R/单位:				
$r =$			$a =$	$b =$		
最大允许误差						
检定谱图编号			备 注			
检定员		核检员	证书号		通知书号	