

PQ-2 气体标准配置装置操作指南



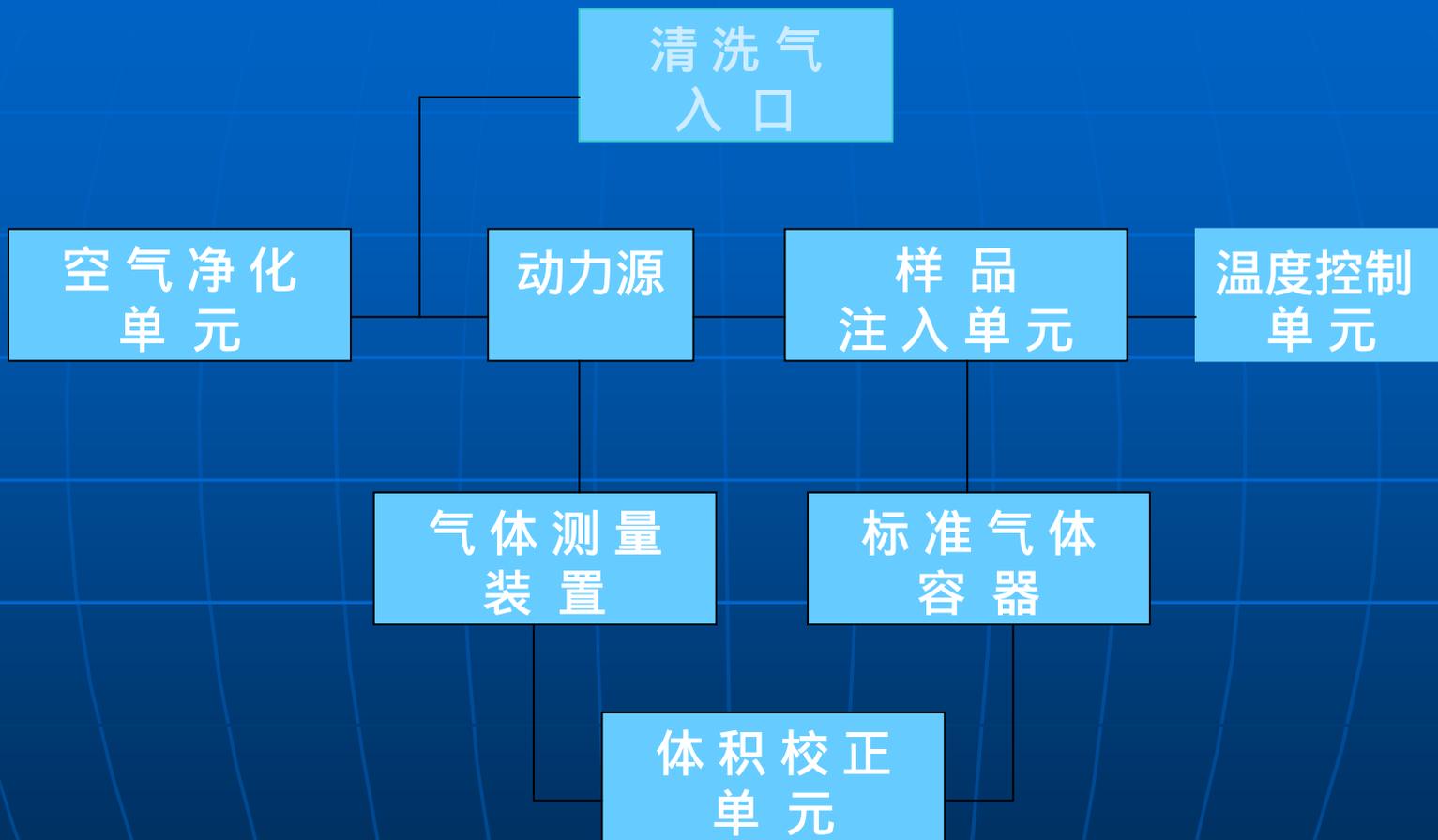
北京帅恩科技有限责任公司

技术简介

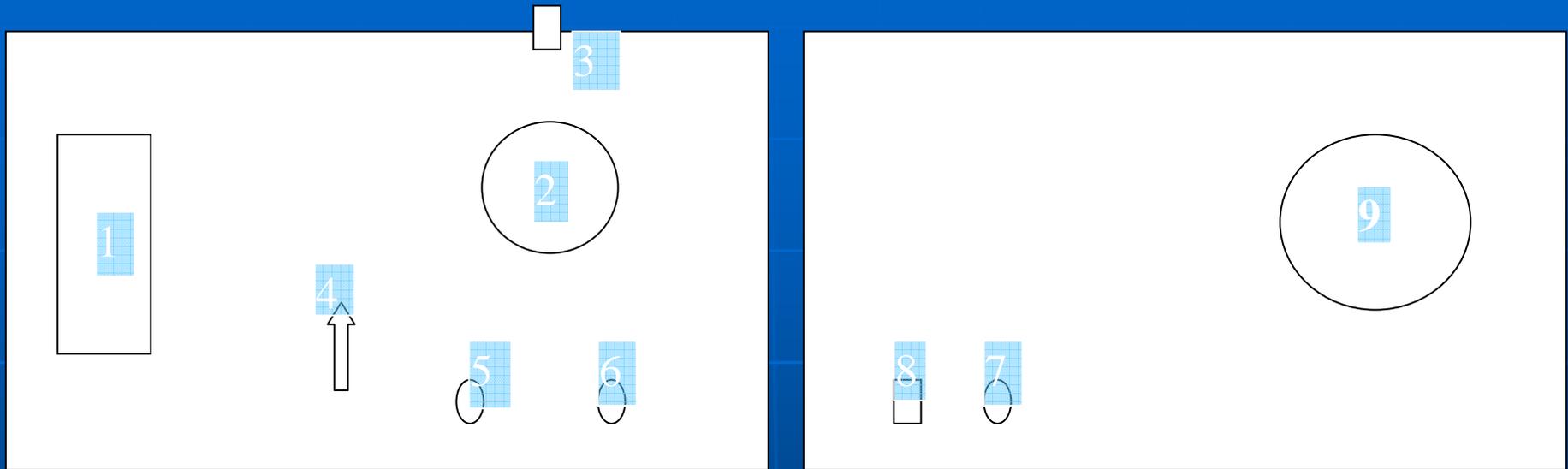
在常温常压下呈气态或呈液态的各种无机物和有机物均可以使用该装置配制所需要浓度的二元或多元混合的标准气体。该装置可以作为环境保护、工业卫生、科研、教学、化工、石化、人防、电力、交通、军工、工矿等生产部门进行定量测定、仪器校准、现场监测和检漏、新产品研制、反应过程控制中的标准气体发生源。

该装置是一种兼有动态配气特点的新型静态配气装置（专利产品）。具有配气速度快、随用随配、适用性强；操作简便、规范安全、易于掌握；体积小、重量轻、便于携带等特点。该装置的配气精度、重复性和稳定性均优于通用的配气装置。

装置结构



装置控制单元外观描述---前面板和后面板示意图



图中各标号为：

- (1) 温度调节和显示单元
- (2) 压力表（气体测量指示）
- (3) 样品注入口
- (4) 三通阀（配气和清洗转换）
- (5) 气体（清洗回路）入口
- (6) 气体（配制标准气体）出口
- (7) 电源插口（附保险管）
- (8) 电源开关
- (9) 空气净化单元

主要技术指标

- (1) 经国家标准物质研究中心测试，使用该装置配制的十余类无机物和有机物的标准混合气体的不确定度（准确度）小于 $\pm 5\%$ ，配气精度小于 $\pm 3\%$ ；
- (2) 装置内自带配气泵和空气净化器，用户可根据需要采用环境空气或者采用其它气体做为配气的零气；
- (3) 配制标准气体浓度范围（一次完成）：
ppb ~ ppm ~ 百分浓度（体积比）；
- (4) 汽化室温度范围：
0 ~ 200（可任意调节，温度数值显示 3.5位）；
- (5) 工作条件：
电 源： 220V $\pm 10\%$ ， 50 ± 1 HZ
环境温度： 0 ~ 40
相对湿度： 小于 85 %
- (6) 整机尺寸： 380 \times 300 \times 160 (mm)
- (7) 重 量： ~ 9 Kg

操作方法

如果给定的样品是气体时，使用注射器将已知体积的样品从注入口直接注入气路中。

如果给定的样品是液体时，根据样品的物理化学性质(密度、沸点等)设定注入口的温度，该温度应高于样品的沸点。待注入口的温度稳定至设定值后注入已知体积的液体样品。

被注入的气体样品或者被汽化的液体样品通过气体泵推动的净化空气(零空气)被送入气袋中。气袋的充满程度可通过装置前面板上的压力表判定。当压力表的指针开始上升时，即表示气袋已经充满，然后关闭三通阀。

气袋的体积可以根据配制标准气体的浓度和需要量等要求在2~40升范围选定。为了改善配制标准气体的不确定度(准确度)，应先对气袋进行体积校正。可使用本装置，由清洗入口空气将气袋充满(由压力表指示气袋充满程度)，然后使用湿式流量计校正气袋的体积。体积校正完毕，在同一压力表的指示刻度下配制标准气体。

使用注意事项

- (1) 在配制标准气体时，请注意气体出口的通畅，不要在三通阀未关闭时操作，以避免不慎将出口堵塞而导至压力表损坏。
- (2) 净化空气用的过滤器中的活性炭或其它吸附材料应及时更换，以避免因吸附材料失效而达不到净化空气的要求。
- (3) 严格遵照本操作说明书的操作方法。一旦发生问题，首先关闭电源，然后卸下气体袋，并将装置的问题状况及时报告给生产厂家。

配制标准气体的浓度计算方法

气体样品配置（稀释）：

$$C_i = \frac{V_i}{V_T} \times 10^6$$

计算公式 1

式中， C_i 是给定组分的浓度(ppmV)；
 V_i 和 V_T 分别是给定组分的体积和气体容器的体积(L)。

液体样品配置：

$$V_i = \frac{\rho V_l R}{MP} \times T$$

计算公式 2

式中， ρ ， V_l 和 M 分别是给定组分的密度 (g/ml)、液体的体积 (ml) 和分子量， R 是气体常数(0.08206 L atm /mol K)；
 T 和 P 分别是配制标准时的环境温度 (K) 和大气压力 (atm)。

应用举例

根据公式 (1) 和 (2) ，可以计算配制不同浓度标准气体的样品需要量。例如，配制 100 ppm (v/v)的一氧化碳或甲苯标准气体时，根据公式 1

$$V_{CO} = C_i \times V_T \times 10^{-6}$$

当 $V_T = 10 \text{ L}$ 时，需要一氧化碳的体积为：

$$V_{CO} = 100 \times 10 \times 10^{-6} = 10^{-3} \text{L} = 1 \text{ ml} \text{ (CO气体)}$$

此外，根据计算公式 1 和计算公式 2，可以计算出甲苯液体的需要量：

$$\begin{aligned} V_{TOL} &= 100 \times \frac{MPV_T}{\rho RT} \times 10^{-6} \\ &= 100 \times 10^{-6} \times \frac{92.13 \times 1 \times 10^4}{0.866 \times 0.08206 \times 298} = 4.35 \mu\text{l} \end{aligned}$$

上述计算的结果是在 1 atm，25 时，使用10 L气体袋配制100 ppm (V/V) 浓度甲苯标准气体需要引进的纯甲苯的体积是4.35 ml。

在实际应用中，很难准确抽取4.35 ml的纯甲苯的体积，常常采用小数点后十分位“四舍五入”方法，直接抽取4 ml的纯甲苯通过PQ-2配气装置引进气体袋中，再计算出它在气体袋中的准确浓度（346.4 mg/m³）。

PQ-1型气体标准物质配制装置 性能评价和应用 (1)

采用气体袋作为配制标准气体容器时，使用PQ-1型气体标准物质配制装置和湿式流量计对6只8升气体袋进行体积校正的结果如下：

气袋编号	测 定 值 (升)					X ± SD	RSD (%)
1	8.09	8.11	8.13	8.16	8.13	8.12 ± 0.02	0.29
2	7.94	8.00	7.96	7.99	7.97	7.97 ± 0.02	0.27
3	8.07	8.07	8.06	8.04	8.02	8.05 ± 0.02	0.24
4	8.05	8.00	7.98	8.02	8.07	8.02 ± 0.02	0.34
5	7.83	7.87	7.90	7.88	7.89	7.87 ± 0.02	0.31
6	7.95	7.99	7.98	7.92	7.95	7.96 ± 0.02	0.31

PQ-2型气体标准物质配制装置 性能评价和应用 (2)

使用PQ-2型气体标准物质配制装置配制部分物质的标准气体
(零空气)的函数特性和线性统计评价如下表所示

标准气体名称	浓度 (ppm)	响应值 ($\mu\text{v}/\text{min}$)	线性回归方程	相关系数 (r)	测定方法
正己烷	22	1342	$y = 50.59x + 162.6$	0.9992	GC/FID
	44	2406			
	88	4566			
	132	6652			
	176	9219			
甲苯	22	1532	$y = 61.17x + 384.4$	0.9985	GC/FID
	42	3128			
	84	5336			
	168	11143			
	252	15530			
三甲胺	44	3541	$y = 85.05x + 393.3$	0.9996	GC/FID
	88	6846			
	132	10819			
	220	18387			
环己烷	16	1072	$y = 53.49x + 243.6$	0.9993	GC/FID
	27	1712			
	54	3070			
	108	6135			
	189	10305			

标准气体名称	浓度 (ppm)	响应值 ($\mu\text{v}/\text{min}$)	线性回归方程	相关系数 (r)	测定方法
乙醇	50	664	$y = 13.79x - 64.18$	0.9992	GC/FID
	100	1335			
	200	2649			
	300	3967			
	400	5544			
六氟化硫	25	148752	$\lg y = 1.403 \lg x + 3.645$	0.9976	GC/FPD
	50	369766			
	75	743486			
	100	1086733			
甲硫醇	1	22889	$\lg y = 1.68 \lg x + 4.36$	0.9985	GC/FPD
	2	71460			
	4	249082			
	6	429168			
	8	676932			
	10	1213616			
二甲二硫醚	1	2840	$\lg y = 1.54 \lg x + 3.42$	0.9990	GC/FPD
	2	6571			
	4	23226			
	7	50140			
	12	129588			
	22	324597			
	31	480730			

使用 3 只 8 升气体袋，由 PQ-2 型气体标准物质配制装置
 配制混合标准气体（零空气）的统计特性（重复性）如下：

被测组分 (浓度)	响应值 (GC/FID, $\mu\text{v}/\text{min}$)			$\bar{X} \pm \text{SD}$	RSD (%)
丙 酮 (80ppm)	1291	1250	1267	1261 ± 21	1.7
	1274	1268	1231		
	1244	1283	1237		
乙 醇 (100ppm)	1010	1042	1051	1029 ± 28	2.7
	1030	1034	1085		
	994	999	1017		
甲 苯 (56ppm)	3135	3123	3114	3148 ± 33	1.1
	3108	3145	3199		
	3199	3150	3160		

注：每只气体袋中的混合标准气体平行测定三次，3 只气体袋中的每种组分共有 9 个测定值。

与德国同类产品 对比结果 (FID)

混合标准气体组成和浓度相同

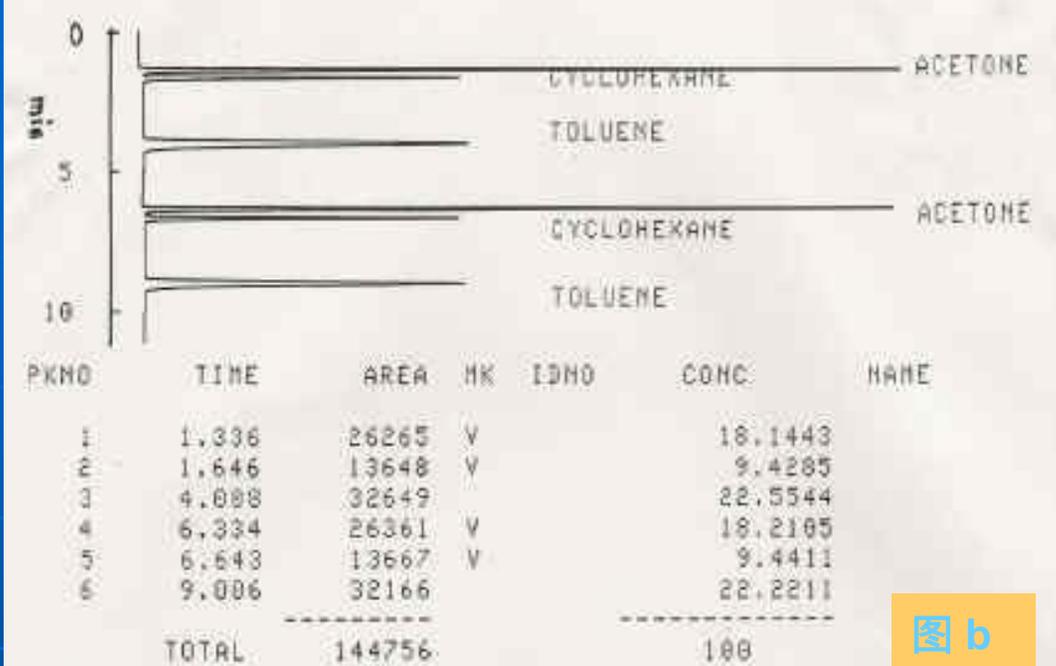


图 b

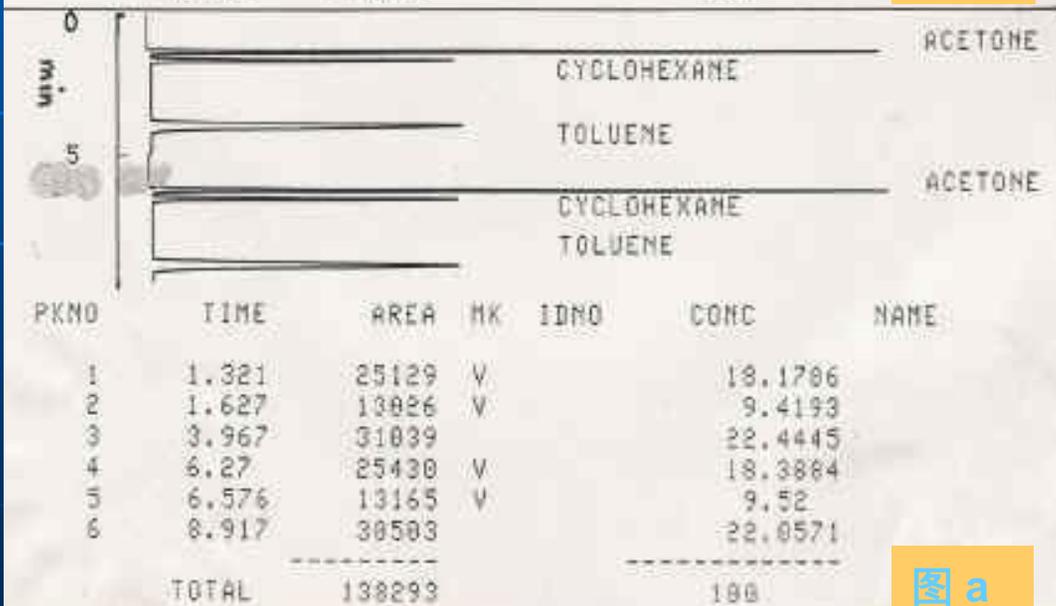


图 a

a 西德产品配置混合标准气体的测定结果
b 本装置配置混合标准气体的测定结果

国家标准物质研究中心使用 PQ-2 型气体标准物质配制装置分别配制了甲烷/空气、一氧化碳/空气、苯/空气、丙酮/空气等标准气体，每种物质分别配制两个浓度（50ppm, 100ppm），每个浓度分别配制5次。然后，分别与国家标准物质研究中心配制的气体标准物质（一级标准）进行比较测定实验，结果表明：采用PQ-2型气体标准物质配制装置配制的标准气体的配气精度和配气不确定度均小于 $\pm 3\%$ 。

PQ-2 型气体标准物质配制装置具有广泛的应用价值。买不到的商品标准气体、很难存放的标准气体和不容易配制的标准气体都可以通过 PQ-2 型气体标准物质配制装置得到解决。诸如：甲硫醇、乙硫醇、甲硫醚、二甲二硫醚、甲胺、乙胺、三甲胺、 SOF_2 、 S_2OF_{10} 等等。除此之外，用户可根据需要进行该装置的在线、离线或现场的标准气体发生源使用，完成各种科学研究、仪器校正、传感器校准等项工作。

1992年11月6日，沈阳环境科学研究所分别采用容量瓶法配置三甲胺液体标准（苯作为溶剂）和采用本装置配置三甲胺气体标准（空气作为溶剂），浓度为3-30 ppm(V/V)。经GC/FID测定结果表明：本装置配置三甲胺标准气体的比对误差小于7%。

1992年12月，北京市理化分析测试中心、北京市环境保护监测中心和北京市机电研究院环境保护技术研究所采用本装置和负压大瓶法分别配制了苯、甲苯、对二甲苯和丙酮等标准气体（40-400 ppm），经GC/FID测定结果一致。上图是应用证明。