



中华人民共和国国家标准

GB/T 5832.3—2011

气体中微量水分的测定 第3部分：光腔衰荡光谱法

Determination of moisture in gases—
Part 3: The method of Cavity Ring-Down Spectroscopy

2011-12-30 发布

2012-10-01 实施

QQ183803833整理提供标准

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 5832《气体中微量水分的测定》目前分为 3 部分：

——第 1 部分：电解法；

——第 2 部分：露点法；

——第 3 部分：光腔衰荡光谱法。

本部分为第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国气体标准化技术委员会(SAC/TC 206)归口。

本部分起草单位：西南化工研究设计院、广思(北京)科技有限公司、中国计量科学研究院、上海市计量测试技术研究院、西安鼎研科技有限责任公司。

本部分主要起草人：阎文斌、王亚民、周泽义、陈鹰、何道善、陈雅丽、周鹏云、石兆奇。

气体中微量水分的测定
第 3 部分：光腔衰荡光谱法

1 范围

本部分规定了采用光腔衰荡光谱法测定气体中微量水分的术语和定义、方法原理、对仪器的一般要求、试验步骤、结果处理和报告。

本部分适用于含量的体积分数为 $0.2 \times 10^{-9} \sim 20 \times 10^{-6}$ 的气体中水分的测定。不适用于硅烷等遇光照易分解及含有对水的吸收光谱有干扰的组分的气体中水分的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1
光腔 Cavity
由高反射率的镜面组成的稳定光学谐振腔。

3.2
光腔衰荡 Cavity Ring-Down
光在光腔内来回反射振荡，由于腔损耗和腔内被测组分的吸收，光强度随时间呈 N 次单指数衰减。

3.3
光腔衰荡时间 Cavity ring-Down Time
光腔内光子数量衰减到初始量的 $1/e$ (e 为自然数) 时所用的时间。

4 方法原理

一束单波长激光进入光腔后，光束在腔镜之间来回反射振荡。当切断光源后，其能量就会随时间而衰减，衰减的速度与光腔自身的损耗(包括透射、散射)和腔内被测组分(介质)的吸收有关。对于给定的光腔，其自身的损耗为常量。光能量衰减的速度与被测组分的含量有关。被测组分的含量与其分子在光腔内的密度成正比，分子的密度由衰荡时间按式(1)确定：

$$D = \frac{1}{c \cdot \sigma(\nu)} \cdot \left(\frac{1}{\tau(\nu)} - \frac{1}{\tau_{empty}} \right) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

τ_{empty} ——无吸收介质的衰荡时间，单位为秒(s)；

c ——光速；

$\tau(\nu)$ ——有吸收介质的衰荡时间,单位为秒(s);
 $\sigma(\nu)$ ——分子在激光频率 ν 的吸收横截面,单位为平方米(m^2);
 D ——被测分子密度,与含量成正比,单位为分子数每立方米(分子数/ m^3)。
被测组分的含量根据式(2)确定:

$$x = \frac{D}{D_g} = \frac{D}{\frac{N_A P V}{R T}} = \frac{R T}{N_A P V c \sigma(\nu)} \cdot \left(\frac{1}{\tau(\nu)} - \frac{1}{\tau_{\text{empty}}} \right) \dots\dots\dots(2)$$

式中:
 x ——被测组分含量,单位为摩尔每摩尔(mol/mol);
 D_g ——气体分子总密度,单位为分子数每立方米(分子数/ m^3);
 P ——光腔池中的压力,单位为帕(Pa);
 T ——光腔池中的温度,单位为开(K);
 N_A ——阿伏加德罗常数, $6.022\ 136\ 7 \times 10^{23}$ 个/摩尔;
 R ——气体常数, $8.314\ 510\ \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / (\text{mol} \cdot \text{K})$;
 c ——光速,单位为米每秒(m/s);
 V ——光腔池的体积,单位为立方米(m^3)。

5 仪器一般要求

- 5.1 应能根据气体的种类进行测定。
- 5.2 应有调节压力和流量的装置。
- 5.3 仪器应经检定或校准,并在有效期内。

6 试验步骤

6.1 采样

- 6.1.1 采样中的安全要求应符合 GB/T 3723 中的规定。
- 6.1.2 应使用无死体积或死体积小的采样阀。
- 6.1.3 采样管线应采用内抛光的不锈钢管,应尽可能短,管径应尽可能小。管壁对水分应无吸附,接头应无渗漏,应无死体积。不应使用铜管、聚四氟乙烯管、乳胶管、普通橡胶管或尼龙管等。
- 6.1.4 采样管路连接完成后应进行泄漏检测,以保证采样系统无泄漏。并应用样品气体对采样管路进行充分吹扫置换。

6.2 测定

- 6.2.1 按仪器说明书开启仪器。
- 6.2.2 用待测气体吹扫气路系统。
- 6.2.3 选择待测气体的种类。
- 6.2.4 将仪器设定为测量状态,按仪器说明书调节气体压力和流量,测定待测气体。
- 6.2.5 当仪器稳定时,读取水分含量值。

7 结果处理

当仪器稳定时,读取气体中水分含量的体积分数。每隔 10 min 读数一次,连续读两次,当两次读数

的相对偏差小于 4%时,取两次读数的算术平均值为最终分析结果。

8 报告

- 报告至少应包括下列内容:
- 测定日期、环境温度、大气压力;
 - 采样地点、样品编号;
 - 样品名称;
 - 测定依据;
 - 测定结果;
 - 测定时观察到的任何异常现象;
 - 分析员和审核员姓名。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
气体中微量水分的测定
第 3 部分:光腔衰荡光谱法
GB/T 5832.3—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44825 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 5832.3-2011