

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX-XXXX

气体分析 氧含量的测定 离子流法

Gas analysis-Oxygen content measurement-Ion flow method

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

目 次

前 言.....	2
1 范围	3
2 规范性引用文件.....	3
3 术语和定义.....	3
4 原理.....	3
4.1 两极离子流法.....	3
4.2 三极离子流法.....	4
5 仪器设备.....	5
5.1 离子流氧分析仪.....	5
5.2 响应.....	5
5.3 气路系统.....	5
5.4 分辨率.....	5
5.5 适应要求.....	5
5.6 标度.....	5
6 试验步骤.....	5
6.1 校准仪器.....	5
6.2 采样.....	5
6.2.1 采样设备.....	5
6.2.2 气体样品采样.....	6
6.2.3 安全要求.....	6
6.3 测定.....	6
7 试验数据处理.....	6
8 精密度.....	6
8.1 重复性.....	6
8.2 再现性.....	6
9 质量保证和控制.....	6
10 试验报告.....	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：成都昶艾电子科技有限公司、中国测试技术研究院化学研究所、西南化工研究设计院有限公司、成都吉莱瑞科技有限公司、上海艾瓷传感器科技有限公司、朗析仪器（上海）有限公司、四川中测标物科技有限公司、液化空气（中国）投资有限公司、飞思仪表（深圳）有限公司。

本文件主要起草人：颜怀智、陈雅丽、张婷、邓凡锋、陈亚平、蒲友强、唐烜东、陈行柱、潘义、曹文广、刘立、李军良、李建浩、王维康、周小琴、殷昊。

气体分析 氧含量的测定 离子流法

警告：本文件的使用可能涉及某些有危险性的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本文件之前应建立适当的安全和防护措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了采用离子流法测定气体中氧含量的方法。对仪器设备、校准、试验步骤、数据处理和试验报告等提出了要求。

本文件适用于工业氧、医用及航空呼吸用氧、环境空气、高原供氧的氧含量测定。

测定范围： 1000×10^{-6} （摩尔分数） $\sim 99.9 \times 10^{-2}$ （摩尔分数）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 5274.1 气体分析 校准用混合气体的制备 第1部分：称量法制备一级混合气体

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6681 气体化工产品采样通则

3 术语和定义

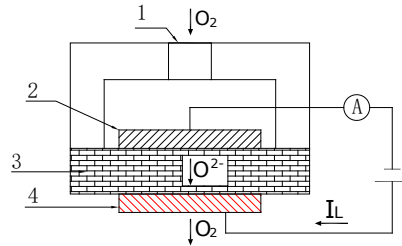
本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

4.1 两极离子流法

在已稳定化的氧化锆（即掺杂一定比例的低价金属如氧化钇作为稳定剂）两侧覆铂（Pt）电极，阴极侧用有气体扩散小孔的罩接合，形成阴极空腔，氧分子从扩散小孔进入空腔。一定温度下，氧分子在阴极处铂电极的催化作用下获得电子形成氧离子（ O^{2-} ），同时在氧化锆电极两侧施加一定电压时， O^{2-} 在外加电场作用下通过氧化锆的氧离子空位迁移到阳极产生氧化反应，释放电子结合成氧分子气体释放

出来，这种现象被称为电化学泵。在电化学泵的作用下，阴极的氧气被氧化锆电解质源源不断地泵到阳极，氧离子在回路中形成电流，此电流与氧浓度成特殊的函数关系。在传感器阴极和阳极间的反应如下：



说明：

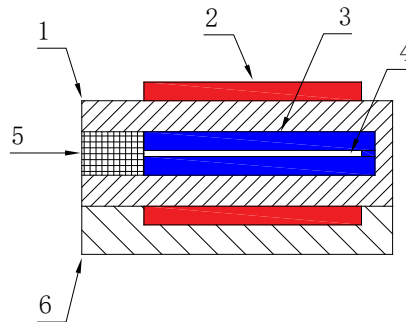
1——扩散小孔； 2——阴极； 3—— $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_2$ 固体电解质； 4——阳极。

图1 两极离子流氧传感器原理图

两极离子流法阴极空腔体积大，当氧含量超过 96×10^{-2} （摩尔分数）以后，传感器信号输出过大，稳定性和寿命直线下降，因此不能用于测定高浓度氧。

4.2 三极离子流法

三极离子流氧传感器由固体电解质、共阴极、两个独立的阳极和扩散障碍层组成。固体电解质为掺杂(3~10%) mol氧化钇的氧化锆陶瓷制成的基体；阴极和阳极为高温共烧后在氧化锆陶瓷基体上的多孔金属铂；扩散障碍层为多孔陶瓷材料。将流延陶瓷生坯固体电解质层、石墨层、扩散障碍层和加热器层共压后进行高温共烧，形成整体陶瓷基体结构。石墨层在高温下被氧化去除，形成离子化内空腔。氧分子从扩散障碍层进入空腔，被共阴极离子化，形成氧离子（ O^{2-} ）。氧离子（ O^{2-} ）在外加电场作用下定向移动形成电流，此电流与氧含量成正比关系。



说明：

1——固体电解质； 2——阳极； 3——共阴极；

4——空腔； 5——扩散障碍层； 6——加热层。

图2 三极离子流氧传感器原理图

三极离子流氧传感器的空腔是石墨层在高温下被氧化去除后形成的细微空腔，降低空腔内氧分子数量，减小高纯氧下的传感器信号；同时采用共阴极和两个独立的阳极形成两个“泵氧元”，降低单个“泵氧元”上的电流，使得三极离子流法既适用于常量氧的测定，又适用于高纯氧的测定。

5 仪器设备

5.1 离子流氧分析仪

离子流氧分析仪由检测室、气路系统、电路模块等组成，检测室内包括离子流氧传感器。

5.2 响应

在仪器的测定范围内，仪器的响应与氧含量之间应有确定的函数关系。

5.3 气路系统

使用的阀门、气路管线、连接件、密封件等与待测样品接触部分都应采用不锈钢材质，并经惰性化处理。

5.4 分辨率

仪器氧含量标度的分辨率宜满足表 1 的要求。

表 1 仪器氧含量标度的分辨率要求

氧含量范围（摩尔分数）	分辨率（摩尔分数）
$>1000 \times 10^{-6} \sim 10000 \times 10^{-6}$	$\leq 0.1 \times 10^{-6}$
$>10000 \times 10^{-6} \sim 25 \times 10^{-2}$	$\leq 0.01 \times 10^{-2}$
$>25 \times 10^{-2} \sim 90 \times 10^{-2}$	$\leq 0.01 \times 10^{-2}$
$>90 \times 10^{-2} \sim 99.9 \times 10^{-2}$	$\leq 0.01 \times 10^{-2}$

5.5 适应要求

仪器应与环境防护（防火、防爆）要求相适应。

5.6 标度

仪器以氧含量（摩尔分数）标度。

6 试验步骤

6.1 校准仪器

应按以下校准方法对仪器进行校准：

- a) 校准用标准样品按照 GB/T 5274.1 制备；
- b) 应在仪器测定范围内至少对仪器的零点和约 80%量程的两点进行校准，校准按仪器说明书操作。

6.2 采样

6.2.1 采样设备

采样设备，包括采样阀、管线、容器等与待测样品接触部分材质都应不与待测物发生物理和化学反

应，应严格保证采样设备的气密性。

6.2.2 气体样品采样

气体样品的采样原则及一般规定应符合 GB/T 6681 的规定。

6.2.3 安全要求

采样中的安全要求应符合 GB/T 3723 中的规定。

6.3 测定

仪器通电，待仪器预热完成，按照仪器规定的压力和流量要求通入待测样品，当仪器显示值稳定后，读取氧含量值。

7 试验数据处理

每隔 2 分钟读取一次氧含量值，至少连续读取两次读数，当连续读数不再呈现方向性变化趋势且相对偏差不超过表 2 规定时，取其算术平均值为最终分析结果。

仪器测量相对偏差宜满足表 2 的要求。

表 2 相对偏差要求

氧含量范围（摩尔分数）	相对偏差
$>1000 \times 10^{-6} \sim 10000 \times 10^{-6}$	$\pm 2\%$
$>10000 \times 10^{-6} \sim 25 \times 10^{-2}$	$\pm 1\%$
$>25 \times 10^{-2} \sim 90 \times 10^{-2}$	$\pm 1\%$
$>90 \times 10^{-2} \sim 99.9 \times 10^{-2}$	$\pm 0.2\%$

8 精密度

按 GB/T 6379.2 的规定执行。

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不超过 1%。

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的差值不超过 3%。

9 质量保证和控制

所有计量设备，包括离子流氧分析仪、稀释装置都应经过校准并确认其满足使用要求。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 有关样品气体和气体标准物质/标准样品的全部信息，例如样品的名称、编号、状态、采样点、采样日期和时间；
 - 注明采用的标准名称及代号、分析方法等；
 - 试验条件：分析的操作参数，例如进样口温度，进样时间，进样压力，进样流量等；
 - 试验结果：样品气中的氧含量，测量或计算结果的环境温度和大气压力值（状态条件）；
 - 试验日期；
 - 实验室名称；
 - 试验人员姓名、审核者姓名和批准者姓名；
 - 测定条件及测定时观察到的异常及说明。
-