

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

G01N 37/00 (2006.01)

G01N 33/00 (2006.01)

G01N 35/00 (2006.01)



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610103424.6

[43] 公开日 2006年12月13日

[11] 公开号 CN 1877338A

[22] 申请日 2006.7.20

[21] 申请号 200610103424.6

[71] 申请人 中国计量科学研究院

地址 100013 北京市北三环东路18号

[72] 发明人 周泽义

[74] 专利代理机构 北京金言诚信知识产权代理有限公司
代理人 余先同

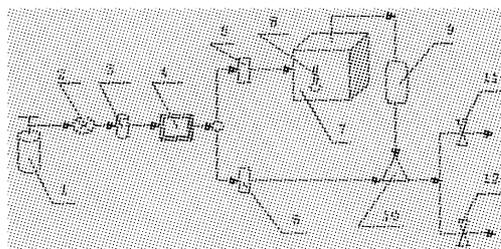
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

[54] 发明名称

甲醛标准气体动态配气装置

[57] 摘要

甲醛标准气体动态配气装置属于用三聚甲醛扩散管和化学裂解的方法来动态产生甲醛标准气体，以检定和校准室内外空气中甲醛含量检测仪，包括配气系统和裂解器，气源与稳压阀连接，气体纯化器一端与稳压阀连接，另一端与质量流量计连接，质量流量计与二个转子流量计连接，一个转子流量计与恒温槽连接，恒温槽中装有三聚甲醛扩散管，三聚甲醛高温催化裂解器装在恒温槽和气体混合器之间，另一个转子流量计与气体混合器连接，气体混合器又分别与多余气体排空阀及标准气体出口控制阀连接；该装置温度控制精度高、气体流量稳定、结构紧凑、性能稳定可靠，是环境保护、仪器生产及石油、化工、冶金、科研、国防计量等部门制备标准混合气体的理想设备。



1、甲醛标准气体动态配气装置包括配气系统和裂解器，其特征在于：

气源(1)与稳压阀(2)连接，气体纯化器(3)一端与稳压阀(2)连接，另一端与质量流量计(4)连接，质量流量计(4)与二个转子流量计连接，一个转子流量计(5)与恒温槽(7)连接，恒温槽(7)中装有三聚甲醛扩散管(8)，三聚甲醛高温催化裂解器(9)装在恒温槽(7)和气体混合器(10)之间，另一个转子流量计(6)与气体混合器(10)连接，气体混合器(10)又分别与多余气体排空阀(11)及标准气体出口控制阀(12)连接。

甲醛标准气体动态配气装置

技术领域

本发明涉及甲醛标准气体动态配气装置，属于用三聚甲醛扩散管和化学裂解的方法来动态产生甲醛标准气体，以检定和校准室内外空气中甲醛含量检测仪，检验甲醛分析测试方法和进行分析质量控制等。

背景技术

目前，在环境监测领域，如大气污染监测，室内空气质量监测等领域的应用中，十分广泛应用标准气体来进行测定和评价，我国用称量法配制的这类气体的钢瓶装标准气体不确定度大，稳定性差，大多不能满足要求达到的测量准确度和稳定性，严重制约了这类气体微痕量组分的准确测量和量值溯源，开展这类标准气体的新的配气方法的研究显得尤为迫切；在八十年代初推荐了 ISO 6145 系列标准的挥发性、腐蚀性、吸附性标准气体的动态配气方法，并在九十年代末进行了修订，ISO 6145 系列标准指出动态配气扩散管法、渗透管法等挥发性、腐蚀性、吸附性标准气体的配制中显示出较低的不确定度（1%~3%）；1978年，美国分析仪器发展公司研制了商品化的扩散管标准气体的动态发生装置；1980年，国际标准化组织（ISO）推荐扩散管法作为一种标准配气方法；1981年美国标准局（NBS）在 SP（Special publication）上发表了类似的研究报告；八十年代，日本也发表了研究论文；我国在八十年代初也有类似的研究，但由于条件限制，没能取得实质性的应用阶段；九十年代，国外出现了一系列扩散管有机标准气体的应用；我国卫生标准规定居住区大气中甲醛最高允许浓度（一次最大）为 0.08 mg/m^3 ，公共场所空气中甲醛浓度不超过 0.12 mg/m^3 ，为了正确

测定和评价室内甲醛污染程度，需要配制相应低浓度空气中甲醛气体标准物质来校准甲醛分析仪器，检验甲醛分析测试方法，提供甲醛分析的质量控制和保证以及确保甲醛测量的量值统一和测量结果的可溯源。

发明内容

本发明的目的是采用甲醛标准气体动态配气装置连续产生甲醛标准气体来克服重量法很难配制挥发性、腐蚀性、吸附性钢瓶装标准气体的缺点；同时，由于甲醛没有纯品，因此设计三聚甲醛扩散管并通过催化裂解方法，解决了甲醛配气难题，能够配制相应低浓度空气中的甲醛标准气体以用来校准甲醛分析仪器，检验甲醛分析测试方法，提供甲醛分析的质量控制和保证，以及确保甲醛测量的量值统一和测量结果，大大提高标定的准确度。

本发明所采用的技术方案是：甲醛标准气体动态配气装置包括配气系统和裂解器，气源与稳压阀连接，气体纯化器一端与稳压阀连接，另一端与质量流量计连接，质量流量计与二个转子流量计连接，一个转子流量计与恒温槽连接，恒温槽中装有三聚甲醛扩散管，三聚甲醛高温催化裂解器装在恒温槽和气体混合器之间，另一个转子流量计与气体混合器连接，气体混合器又分别与多余气体排空阀及标准气体出口控制阀连接。

本发明的优点在于用扩散管和化学催化裂解的方法来动态产生甲醛标准气体，用于检定和校准室内外空气中甲醛含量检测仪，检验甲醛分析测试方法，确保甲醛测量的量值统一和测量结果的可溯源。

附图说明

图 1 是甲醛标准气体动态配气装置结构示意图。

图中，1、气源， 2、稳压阀， 3、气体纯化器， 4、质量流量计， 5、转子流量计， 6、转子流量计， 7、恒温槽， 8、三聚甲醛扩散管， 9、三聚甲醛高温催化裂解器， 10、气体混合器， 11、多余气体排空阀， 12、标准气体出口控制阀。

具体实施方式

图 1 中，甲醛标准气体动态配气装置包括配气系统和裂解器，气源 1 与稳压阀 2 连接，气体纯化器 3 一端与稳压阀 2 连接，另一端与质量流量计 4 连接，质量流量计 4 与二个转子流量计连接，一个转子流量计 5 与恒温槽 7 连接，恒温槽中装有三聚甲醛扩散管 8，三聚甲醛高温催化裂解器 9 装在恒温槽 7 和气体混合器 10 之间，另一个转子流量计 6 与气体混合器 10 连接，气体混合器 10 又分别与多余气体排空阀 11 及标准气体出口控制阀 12 连接。

在甲醛标准气体动态配气装置中，合成空气或压缩空气从气源 1 中进入，通过稳压阀 2 进到气体纯化器 3 后进行纯化，气体纯化器 3 中装有活性炭、分子筛，纯化后的气体进入质量流量计 4 后，气体分为两路：一路为载带气，另一路为稀释气。载带气由转子流量计 5 控流后进入恒温槽 7 中内置的三聚甲醛扩散管 8，载带气将恒定扩散出来的三聚甲醛载带出来后进入三聚甲醛催化裂解器 9，完全裂解为甲醛后进入气体混合器 10；稀释气由转子流量计 6 控流后直接进入气体混合器 10，与载带出来的甲醛气体充分混合，混合后的气体就成为一定值甲醛标准气体，可以通过多余气体排空阀 11 进行排空，也可以通过标准气体出口控制阀 12 进行各种应用，流经标准气体出口控制阀 12 的气流量可以通过多余气体排空阀 11 来控制。

三聚甲醛扩散管 8 置于玻璃扩散池中，放入高精度恒温槽 7 内，左边电路

开关处于“开”时，流量控制器和水槽温度控制器工作；右边电路开关处于“开”时，三聚甲醛高温催化裂解器 9 工作；将玻璃温度计插入扩散槽上温度计插孔内，开启仪器，按下 SET 键，显示 SP，再按下◀键，出现温度值；用△▽键调整温度显示到期望值后再按下 SET 键，出现 END 后自动结束。

扩散管动态配气原理

置于恒温槽 7 内的标准发生源（三聚甲醛扩散管 8），在标准物质证书规定的使用条件下，管内物质以恒定的速率向外扩散，扩散物被具有确定流量的稀释气体载带混匀后，即可成为标准混合气体。标准气体浓度值依下式计算：

$$C = \frac{R}{Q} \times 10^3 \times \frac{TP_0}{T_0P} = \frac{RTP_0}{QT_0P} \times 10^3 \quad (\text{mg/m}^3)$$

$$C = \frac{P_0V_0}{T_0M} \cdot \frac{T}{P} \cdot \frac{R}{Q} \times 10^3 \quad (\text{ppm 体积比})$$

式中： C ——标准气体浓度（mg/m³或 ppm 体积比）

M ——组分气的摩尔质量(g/mol)

P₀ ——标准大气压强，1.013×10⁵ KPa

V₀ ——组分气的摩尔体积 (L/mol)；22.4 升/mol

T₀ ——绝对温度 (K)，273.15K

P ——环境的大气压强

T ——室温 (K)

R ——渗透管（扩散管）的渗透率（扩散率）(μg/min)

Q ——稀释气体流量 (ml/min)

甲醛标准气体配气原理

配制甲醛标准气体时，使用的是三聚甲醛扩散管 8 标准物质。因此，扩散出来的是三聚甲醛分子，必须经过三聚甲醛高温催化裂解器 9，使其完全分解为

甲醛分子。

甲醛标准气体浓度值依下式计算：

$$C = \frac{R}{Q} \times 10^3 \times 3 \times \frac{TP_0}{T_0P} = \frac{3RTP_0}{QT_0P} \times 10^3 \quad (\text{mg/m}^3)$$

$$C = \frac{P_0V_0}{T_0M} \cdot \frac{T}{P} \cdot \frac{R}{Q} \times 10^3 \quad (\text{ppm 体积比})$$

式中； C ——标准气体浓度 (mg/m³ 或 ppm 体积比)

M ——三聚甲醛分子的摩尔质量，(C₃H₆O₃， 分子量为 90.08 g/mol)

P₀ ——标准大气压强，1.013×10⁵ KPa

V₀ ——组分气的摩尔体积 (L/mol)； 22.4 升/mol

T₀ ——绝对温度 (K)， 273.15K

P ——环境的大气压强

T ——室温 (K)

R ——三聚甲醛扩散率 (μ g/min)

Q ——稀释气体流量 (ml/min)

气路系统

DP-IV (DP 为扩散管配气系统的缩写) 动态配气装置由配气系统和裂解器组成，和扩散管配套使用可连续提供所需含量的高精度微量标准气体。

工作方式：将三聚甲醛扩散管 8 置于玻璃扩散池中，放入高精度恒温槽 7 内，经不同流量的高纯氮气 (或压缩空气) 载带并稀释后，获得含有所需浓度的标准气体。

左边电路开关，处于“开”时，流量控制器和水槽温度控制器工作，此时水浴恒温槽被控制在 40℃，流量控制器显示载带气和稀释气的流量之和。

右边电路开关是，处于“开”时，三聚甲醛裂解装置工作，此时裂解器温

度为 160 度左；如欲配制除甲醛外的其它气体，可将从扩散池中载带出来的组分气体“绕”过裂解装置，直接接入三通混合器中。

稀释载带用钢瓶内高纯氮（或压缩空气）气源必须在 0.5Mpa 以上，通过减压阀供给装置的压力应调到(0.2~0.3)Mpa，开启质量流量控制器和两个浮子流量计，载带气的流量需恒定在（80~120）ml/min 之间，每次使用保证在固定刻度线上。

配制甲醛标准气体时需使用裂解器，裂解器温度控制在 160℃，温度控制器的参数已经设置好，不须再做调节；恒温槽温度控制器需要定期参照校正过的玻璃水银温度计校正。

电路部分

1、扩散槽温度设定及调整：

准备一支对所需要的温度点校准过的玻璃温度计（0~50℃，0.1 分度），将玻璃温度计插入扩散槽上温度计插孔内，开启仪器并按如下方法确定设定值。

按下 SET 键，显示 SP，再按下◀键，出现温度值，用△▽键调整温度显示到期望值后再按下 SET 键，出现 END 后自动结束。

当仪器温度平衡后，检查玻璃温度计的读数，记下该读数与所需温度点的差值；按上述办法调整设定值，如果差值为正，则减低设定值；反之则增加设定值；等待温度再次平衡，此时扩散槽温度已经达到校正过的期望温度值，但控温器则可能低于或高于期望温度值。

譬如：玻璃温度计已指示在校准过的温度点 35℃，而控温器显示为 35.36℃（或 34.20℃），此时使用者可以不做调整，就将这些值当作 35.00℃；也可以通过调整控温器零度值将显示值调到 35.00℃。方法如下：连续按下 SET 键，出现 DIL 时，用▽键将设定参数上调 0.36（或下调 0.80），再连续按下 SET 键，

出现正常显示为止。

2、裂解器温度控制器参数已经设定完毕不须调整，如要改变温度，按 SET 键，调整 Δ ∇ 键即可。

3、电源开关及保险管：电源按键为带指示灯的单刀单掷开关；保险管额定电流如下：总电流：5A。

质量流量计气路部分

1、质量流量计用于稳定稀释气体的流量，稀释气体减压至 $(1.5\sim 3)$ kg. f/cm² 后经过稳压进入装置。

2、带针阀的浮子流量计 (I)、(II) 分别用来指示和调节载气和稀释气的流量。

如果系统压降在半小时内小于 0.2 kg/cm² 即为合格。

DP-IV 型标准气体动态配气装置是根据各种挥发性、腐蚀性、吸附性气体扩散管的使用要求而专门设计的，同时增加了三聚甲醛催化裂解装置 9，两者配套使用可连续提供甲醛标准混合气体，该装置温度控制精度高、气体流量稳定、结构紧凑、使用方便，高精度恒温槽 7 采用半导体可控硅加热方式，可允许环境温度有较大的变化，甲醛标准气体动态配气装置带有过温保护功能可在无人照看下长时间安全连续运转，产品性能稳定可靠，是环境保护、仪器生产、石油、化工、冶金、科研、国防计量等部门制备标准混合气体的理想设备。

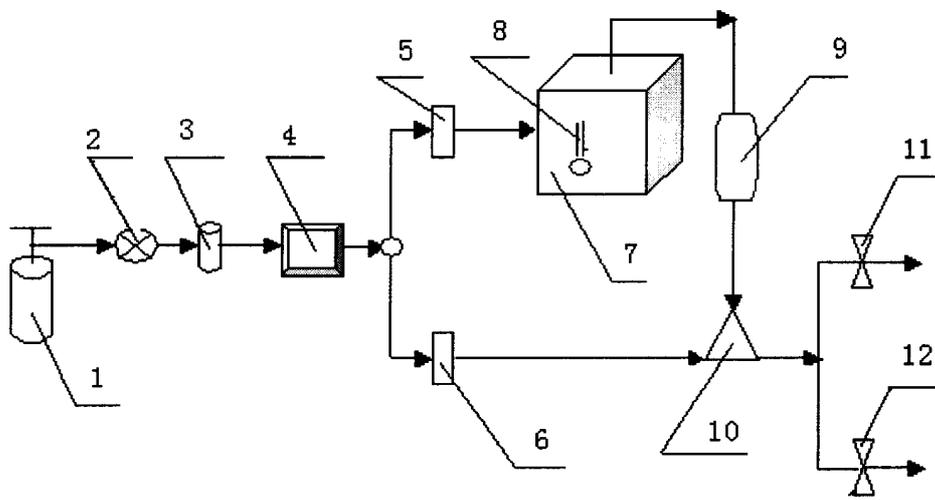


图 1