



中华人民共和国国家标准

GB/T 44329—2024

混合气体的制备 称量法

Preparation of gas mixtures—Gravimetric method

2024-08-23 发布

2025-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 制备方法	2
5 制备流程	2
6 制备前的准备	4
6.1 制备的可行性分析	4
6.2 充装系统的准备	4
6.3 包装容器及其阀门的准备	4
6.4 原料气的准备	4
6.5 尾气处理	4
6.6 充装量的计算	4
6.7 充装系统的初次验证	5
7 混合气体的充装	5
7.1 充装步骤	5
7.2 充装控制	5
8 组分制备含量的计算	6
9 制备的验证	6
9.1 验证方法	6
9.2 混合气体组分含量的测定	6
9.3 制备相对偏差的计算	6
9.4 验证结论	6
10 合格证	7
11 称量法制备混合气体的实例	7
附录 A（资料性） 称量法制备混合气体的实例	8
A.1 制备目标	8
A.2 制备前准备	8
A.3 混合气体的充装	9
A.4 组分制备含量的计算	9
A.5 制备的验证	9
A.6 合格证	9
参考文献	10

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。

本文件由全国气体标准化技术委员会（SAC/TC 206）归口。

本文件起草单位：杭州新世纪混合气体有限公司、大连大特气体有限公司、昊华气体有限公司西南分公司、北京氮普北分气体工业有限公司、武汉钢铁集团气体有限责任公司、捷贝通石油技术集团股份有限公司、佛山三水德力梅塞尔气体有限公司、中国测试技术研究院化学研究所、衢州杭氧特种气体有限公司、西南化工研究设计院有限公司、浙江省化工研究院有限公司、浙江省特种设备科学研究院、浙江省生态环境低碳发展中心、大连科瑞气体有限公司、大连隆源气体科技股份有限公司、英德市西洲气体有限公司。

本文件主要起草人：张金波、李福芬、蒋宏达、曾斌、周海斌、叶水生、周鑫、赵俊秀、齐利兵、毛玲玲、史婉君、陈雅丽、任艳红、赖晓峰、唐霞梅、程欣、卢长敏、崔雪娇、王辅程、唐正明。

混合气体的制备 称量法

1 范围

本文件描述了用称量法制备混合气体的方法和流程，规定了对制备前的准备、混合气体的充装、组分制备含量的计算、制备的验证以及合格证的要求，给出了制备实例。

本文件适用于瓶装及气瓶集束装置包装的混合气体的制备。

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 14850 气体分析 词汇
- GB/T 34526 混合气体气瓶充装规定
- GB/T 34528 气瓶集束装置充装规定
- GB/T 38523 混合气体的制备 压力法
- GB/T 38527 校准混合气体技术通则

3 术语和定义

GB/T 14850 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

批 batch

制备混合气体时，一次充装过程制备的所有气体。

3.2

充装系统 filling system

由气体控制阀门、输送管线、密封件、压力测量设备、称量设备和真空泵构成的气体充装设备的总称。

3.3

制备相对偏差 relative deviation of preparation

混合气体中目标组分的测定含量与其目标含量的差值占该目标含量的百分比。

注：9.3 中给出了制备相对偏差的计算公式。

3.4

制备相对允差 relative tolerance of preparation

由供需双方商定的、混合气体中目标组分含量的最大制备相对偏差。

3.5

称量瓶 cylinder for weighing

制备混合气体时，放置于称量设备上称量以获得该次制备的每个气瓶或气瓶集束装置中混合气体的各组分含量的气瓶或气瓶集束装置。

4 制备方法

4.1 将待充装气瓶或气瓶集束装置连接到制备系统中，将称量瓶放置在称量设备上，称取称量瓶的质量 m_1 ；充入原料气 j ，待气瓶中气体的温度、压力达到稳定后，称取称量瓶及充入的原料气 j 的质量 m_2 ， $(m_2 - m_1)$ 即为原料气 j 的充入质量 m_j 。按公式 (1) 计算称量瓶中混合气体中组分 i 的制备含量 $x_{i,z}$ ，该含量为同批次混合气体中组分 i 的制备含量。

$$x_{i,z} = \frac{(x_{i,j} \times m_j) / M_j}{\sum_{j=1}^n m_j / M_j} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $x_{i,z}$ —— 混合气体中组分 i 的制备含量（摩尔分数）；
- $x_{i,j}$ —— 原料气 j 中组分 i 的含量（摩尔分数）；
- m_j —— 原料气 j 的充入质量，单位为克（g）；
- M_j —— 原料气 j 的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- n —— 混合气体中组分的数量。

4.2 当原料气 j 为组分含量已知的混合气体时，公式 (1) 中的 M_j 为原料气 j 的平均摩尔质量，按公式 (2) 计算 M_j 。

$$M_j = \sum_{k=1}^n (x_k \times M_k) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- x_k —— 原料气中组分 k 的含量（摩尔分数）；
- M_k —— 原料气中组分 k 的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

5 制备流程

用称量法制备混合气体的流程示意如图 1 所示。

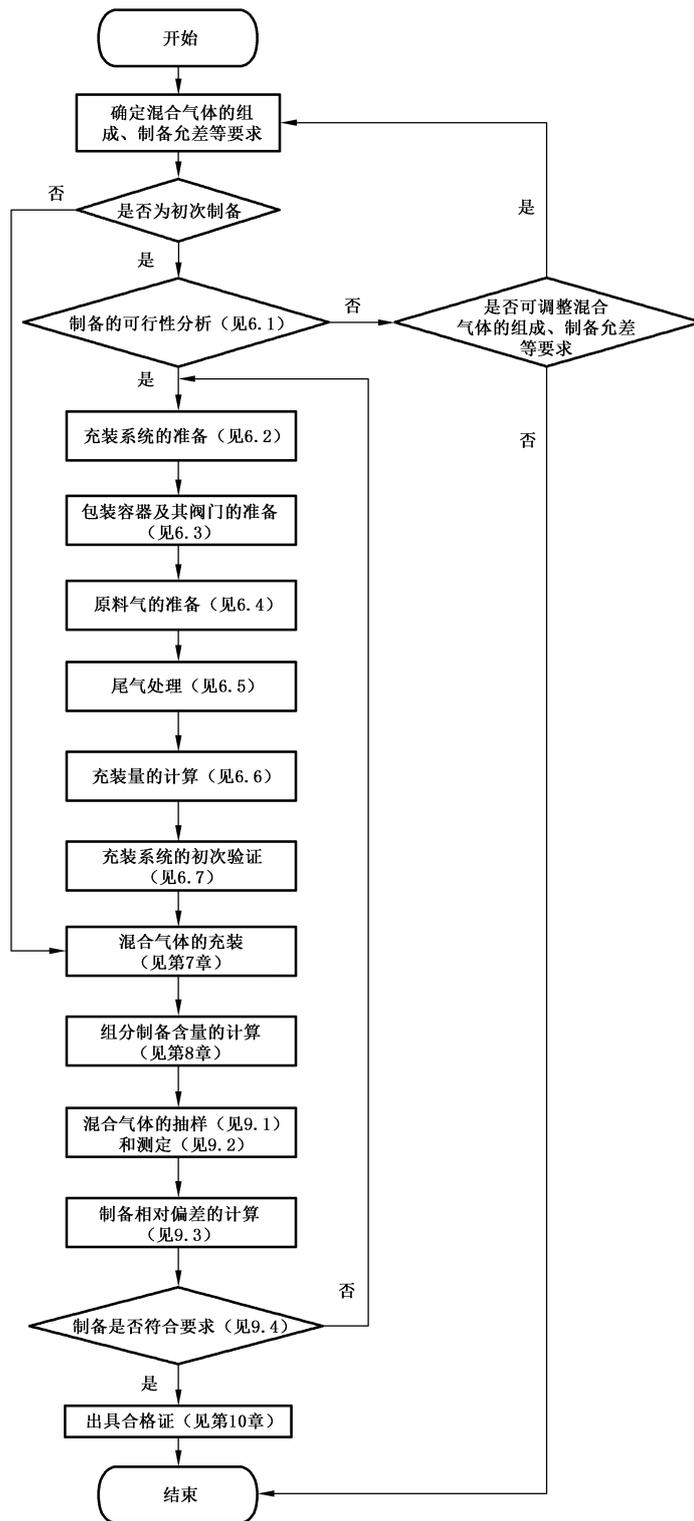


图 1 称量法制备混合气体的流程图

6 制备前的准备

6.1 制备的可行性分析

6.1.1 初次制备时，应分析制备的可行性。

6.1.2 制备可行，至少满足以下条件：

- 混合气体应无潜在的安全风险；
- 混合气体组分之间不应发生反应；
- 组分与所接触的材料之间不应发生反应；
- 环境应满足制备要求。

6.2 充装系统的准备

6.2.1 基本要求

制备混合气体的充装系统至少应能满足以下条件：

- 气密性满足制备的要求；
- 称量设备精度满足制备的要求，检定/校准周期不应超过1年，且定期进行期间核查；
- 必要时有适宜的伴热系统；
- 配备不同的充装管道供氧化性气体与可燃性气体通过。

6.2.2 电子工业用混合气体充装系统的要求

除了满足 6.2.1 的基本要求外，电子工业用混合气体所用充装系统还应满足以下要求：

- 根据制备的气体性质选择适宜材质和洁净度的管道及元器件；
- 根据配制需求考虑在充装系统中是否安装合适孔径的、与气体中所有组分化学性质相容材质的过滤器。

6.3 包装容器及其阀门的准备

包装容器及其阀门应满足混合气体的制备要求。

6.4 原料气的准备

原料气的纯度和杂质含量应满足混合气体的制备要求。

6.5 尾气处理

制备时，应有尾气处理措施。

6.6 充装量的计算

6.6.1 充装压力的设置

设置混合气体充装压力时，注意：

- 混合气体在20℃时的充装压力不应超过包装气瓶的公称工作压力；
- 当原料为液化气体时，为避免组分产生液化，混合气体的充装压力还应满足 GB/T 38523的要求；
- 在满足上述两个要求的前提下，必要时，按使用温度设置混合气体的充装压力。

6.6.2 计算

各原料气的目标充装量 m'_j 按公式 (3) 计算：

$$m'_j = \frac{x_{i,m} \times M_j \times p_m \times V_{\text{cyl}}}{Z_m \times R \times T} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $x_{i,m}$ —— 混合气体中组分*i*的目标含量（摩尔分数）；
- p_m —— 混合气体的充装压力，单位为帕斯卡（Pa）；
- V_{cyl} —— 称量瓶的水容积，单位为立方米（m³）；
- Z_m —— 混合气体的压缩因子；
- R —— 气体摩尔常数， $R=8.314 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ ；
- T —— 充装温度，单位为开尔文（K）。

注：混合气体的压缩因子估算参考 GB/T 38523。

6.7 充装系统的初次验证

充装系统初次投入使用前，应按第 7 章的要求，预先制备一批与拟制备的混合气体相近的混合气体，按公式 (1) 计算组分*i*的制备含量。

按公式 (4) 计算组分*i*的测定含量与制备含量的相对偏差，若所有混合气体中所有组分的相对偏差均在制备相对允差的范围内，则充装系统符合混合气体的制备要求，可投入使用。

$$\Delta_1 = \frac{x_i - x_{i,z}}{x_{i,z}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- Δ_1 —— 充装系统验证时组分*i*的测定含量与制备含量的相对偏差；
- x_i —— 充装系统验证时组分*i*的测定含量（摩尔分数）。

7 混合气体的充装

7.1 充装步骤

7.1.1 将待充装气瓶或气瓶集束装置、称量瓶与充装系统相连并确保气密性良好，将称量瓶放置于称量设备上，对充装系统充分置换并抽真空。

7.1.2 称量并记录称量瓶的质量。

7.1.3 按照 6.6.2 计算的各原料气目标充装量，依次将各原料气充入待充装气瓶或气瓶集束装置和称量瓶，当各原料气的充入质量接近目标充装量时，应缓慢地充入直至达到目标充装量。

7.1.4 每种原料气充装完成后宜静置，当所有气瓶中气体的温度、压力达到稳定后，对充入原料气后的称量瓶进行称量，计算充入每种原料气的质量。

7.2 充装控制

充装时，应防止加入的原料气倒流，瓶装混合气体的充装还应符合 GB/T 34526 的相关规定，集束装混合气体的充装还应符合 GB/T 34528 的相关规定。

8 组分制备含量的计算

按公式（1）计算各目标组分的制备含量。

9 制备的验证

9.1 验证方法

9.1.1 概述

通过对每批制备的混合气体的组分含量进行测定，计算制备相对偏差，判断是否满足制备相对允差的要求，以对制备工作进行验证，并作相应调整。

9.1.2 抽样

9.1.2.1 对于工业混合气体，当一批制备的混合气体既有瓶装也有气瓶集束装时，抽样数量不应少于1瓶和1个气瓶集束装置。当一批制备的混合气体只有瓶装或气瓶集束装时，抽样数量不应少于1瓶或1个气瓶集束装置。

9.1.2.2 对于电子工业用混合气体，应逐一进行测定。

9.2 混合气体组分含量的测定

9.2.1 测定要求

应确保混合气体混合均匀，宜采用外标法定量。

9.2.2 校准用混合气体

测定用的校准用混合气体至少应满足以下要求：

- 按照GB/T 38527规定的方法制备；
- 目标组分的含量与待测组分的含量相同或相近。

9.3 制备相对偏差的计算

制备相对偏差按公式（5）计算：

$$\Delta_2 = \frac{x_{i,c} - x_{i,m}}{x_{i,m}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- Δ_2 —— 制备相对偏差；
- $x_{i,c}$ —— 组分*i*的测定含量（摩尔分数）；
- $x_{i,m}$ —— 组分*i*的目标含量（摩尔分数）。

9.4 验证结论

若目标组分的制备相对偏差在制备相对允差范围内，则制备的混合气体为合格品。

10 合格证

混合气体出厂时应附有产品质量合格证，其内容至少应包括：

- 生产商名称；
- 产品名称；
- 生产日期；
- 有效期；
- 产品批号；
- 组分含量；
- 制备相对允差；
- 充装压力（MPa）；
- 最低使用压力（MPa）；
- 最低使用温度（℃）；
- 本文件编号。

11 称量法制备混合气体的实例

附录 A 中给出了用称量法制备一批氩中二氧化碳瓶装混合气体的实例。

附录 A

(资料性)

称量法制备混合气体的实例

A.1 制备目标

用称量法制备一批氩中二氧化碳瓶装混合气体，共 6 瓶，其中称量瓶体积为 8 L，其余 5 瓶体积为 40 L。二氧化碳的目标含量为 18×10^{-2} （摩尔分数），制备压力为 10 MPa，二氧化碳含量的制备相对允差为 $\pm 5\%$ 。充装温度按 20 °C 计。

A.2 制备前准备

A.2.1 制备的可行性分析

本次制备的氩中二氧化碳混合气体无潜在危险，氩气与二氧化碳之间不发生反应，所有组分与材料不发生反应，环境温度为 20 °C，满足制备要求，可进行制备。

A.2.2 充装系统的准备

所用称量设备为分度值 10 mg、最大称量值为 26 kg 的电子天平，充装系统气密性良好，制备过程无需伴热系统，无需不同充装管道充装，满足制备的要求。

A.2.3 包装容器及阀门的准备

包装容器：40 L 的钢质无缝气瓶，符合 GB/T 5099（所有部分）的规定。

阀门：铜阀，符合 GB/T 15382 的规定。

A.2.4 原料气的准备

高纯氩，符合 GB/T 4842 的规定。

高纯二氧化碳，符合 GB/T 23938 的规定。

A.2.5 充装量的计算

A.2.5.1 充装压力的设置

该混合气体在 20 °C 时的预期充装压力为 10 MPa，低于包装气瓶的公称工作压力 15 MPa。

由于二氧化碳为液化气体，需要考虑组分是否会产生液化：制备压力为 10 MPa、组分含量为 18% 的氩中二氧化碳混合气体时，根据 GB/T 38523 的要求，二氧化碳的充装压力约为 $10 \text{ MPa} \times 18\% = 1.8 \text{ MPa}$ ，低于 0 °C（假定混合气体最低使用温度为 0 °C）时二氧化碳的饱和蒸汽压 3.385 MPa 的 70%，即 2.369 5 MPa。因此混合气体的压力设置为 10 MPa 不会产生液化。

综上所述，混合气体的充装压力设置 10 MPa 是合理的。

A.2.5.2 计算

按公式 (3) 计算混合气体中二氧化碳的充入质量，其中：二氧化碳的目标含量 $x_{\text{CO}_2, \text{m}} = 18 \times 10^{-2}$ （摩尔分数），二氧化碳的摩尔质量 $M_{\text{CO}_2} = 44.01 \text{ g/mol}$ ，混合气体的制备压力 $p_m = 10 \times 10^6 \text{ Pa}$ ，称量瓶的水容积 $V_{\text{cyl}} = 8 \times 10^{-3} \text{ m}^3$ ，混合气体的压缩因子 $Z_m = 0.907 768$ ，气体摩尔常数 $R = 8.314 \text{ J/(mol} \cdot \text{K)}$ ，充装温度 $T = 293.15 \text{ K}$ ，计算得到混合气体中二氧化碳的目标充装量 $m'_{\text{CO}_2} = 286.44 \text{ g}$ 。

按公式(3)计算混合气体中氩气的充装量,其中:氩气的目标含量 $x_{Ar,m} = 82 \times 10^{-2}$ (摩尔分数),摩尔质量 $M_{Ar} = 39.95 \text{ g/mol}$,混合气体的制备压力 $p_m = 10 \times 10^6 \text{ Pa}$,称量瓶的水容积 $V_{cyl} = 8 \times 10^{-3} \text{ m}^3$,混合气体的压缩因子 $Z_m = 0.907768$,气体摩尔常数 $R = 8.314 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$,充装温度 $T = 293.15 \text{ K}$,计算得到混合气体中氩气的目标充装量 $m'_{Ar} = 1184.53 \text{ g}$ 。

A.3 混合气体的充装

按7.1描述的步骤进行充装,称量瓶的质量为1436.52g,先充入二氧化碳,二氧化碳与称量瓶的质量为1728.47g,再充入氩气,氩气、二氧化碳及称量瓶的质量为2932.34g,通过计算可得,充入二氧化碳的质量为291.95g,充入氩气的质量为1203.87g。

A.4 组分制备含量的计算

根据称量得到的质量,按公式(1)计算混合气体中二氧化碳的制备含量,其中:原料气二氧化碳中二氧化碳的含量 $x_{i,j} = 1$,原料气二氧化碳的充入质量 $m_{CO_2} = 291.95 \text{ g}$,摩尔质量 $M_{CO_2} = 44.01 \text{ g/mol}$,混合气体中组分的数量 $n = 2$,则混合气体中二氧化碳的制备含量 $x_{CO_2,z} = 18.04 \times 10^{-2} \text{ mol/mol}$ 。

A.5 制备的验证

A.5.1 组分含量的测定和制备相对偏差的计算

对瓶号为156220404043的混合气体进行抽样检查,测定气瓶中二氧化碳的含量,测定结果为: $x_{CO_2,c} = 18.23 \times 10^{-2}$ (摩尔分数)、 $x_{CO_2,m} = 18 \times 10^{-2}$ (摩尔分数),按公式(5)计算得到 $A_2 = 1.3\%$ 。

A.5.2 验证结论

所制备混合气体中二氧化碳的制备相对偏差在制备相对允差($\pm 5\%$)范围内,因此本次制备符合要求。

A.6 合格证

合格证如下:

- 生产商名称: ××××;
- 产品名称: 二氧化碳/氩混合气体;
- 生产日期: ××年××月××日;
- 有效期: ××年××月××日;
- 产品批号: ××××;
- 二氧化碳含量: 18×10^{-2} (摩尔分数);
- 制备相对允差: $\pm 5\%$;
- 充装压力: 10 MPa (20 °C);
- 最低使用压力: 0.5 MPa;
- 最低使用温度: 0 °C;
- 本文件编号: GB/T 44329—2024。

参 考 文 献

- [1] GB/T 4842 氩
 - [2] GB/T 5099 (所有部分) 钢质无缝气瓶
 - [3] GB/T 15382 气瓶阀通用技术要求
 - [4] GB/T 23938 高纯二氧化碳
-