

ICS 03.120.10

Z00

备案号: XXXXX-202X

NB

# 中华人民共和国能源行业标准

NB/T XXXX—202X

## 质子交换膜燃料电池用氢气品质检测 移动式实验室通用技术规范

General technical specification for mobile laboratory of proton exchange  
membrane fuel cell hydrogen quality detection

(征求意见稿)

202X-X-XX 发布

202X-X-XX 实施

国家能源局 发布



目 次

前 言 ..... II

质子交换膜燃料电池用氢气品质检测移动式实验室通用技术规范 ..... 1

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 2

4 技术要求 ..... 3

5 试验方法 ..... 10

6 检验规则 ..... 12

7 标志、包装、运输及贮存 ..... 13

附录 A（资料性）气相色谱仪-等离子体检测器测定氢气中硫化物的方法 ..... 15

附录 B（资料性）氢气中无机卤化物、氨、甲酸的测定方法 ..... 19

附录 C（规范性）移动实验室检验项目 ..... 24

## 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。

本文件由中国电力企业联合会提出并归口。

本文件起草单位：Xx。

本文件主要起草人：XXX。

# 质子交换膜燃料电池用氢气品质检测移动式实验室通用技术规范

## 1 范围

本文件规定了质子交换膜燃料电池用氢气品质检测移动式实验室（以下简称“移动实验室”）的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本文件适用于加氢站内氢气品质移动检测的移动实验室，也可适用制氢厂、氢气长管拖车、氢气输送管道等其他氢气产品的品质检测移动实验室。

## 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，仅所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 1589 汽车、挂车及汽车列车外廓尺寸、轴荷及质量限值

GB 1495—2002 汽车加速行驶车外噪声限值及测量方法

GB 4962—2008 氢气使用安全技术规程

GB 7258—2017 机动车运行安全技术条件

GB 50156 汽车加油加氢站技术标准

GB 50516 加氢站技术规范

GB/T 2819 移动电站通用技术条件

GB/T 5832.2 气体分析 微量水分的测定 第2部分：露点法

GB/T 5832.3 气体中微量水分的测定 第3部分：光腔衰荡光谱法

GB/T 6285 气体中微量氧的测定 电化学法

GB/T 12673 汽车主要尺寸测量方法

GB/T 12674 汽车、挂车及汽车列车质量参数测量方法

GB/T 18655 车辆、船和内燃机 无线电骚扰特性 用于保护车载接收机的限值和测量方法

GB/T 24499 氢气、氢能与氢能系统术语

GB/T 28726 气体分析 氢离子化气相色谱法

GB/T 29473—2020 移动实验室分类、代号及标记

GB/T 29474—2012 移动实验室内部装饰材料通用技术规范

GB/T 29477—2012 移动实验室实验舱通用技术规范

GB/T 29479—2012 移动实验室通用要求

GB/T 29600 移动实验室用温湿度控制系统技术规范

GB/T 29729—2022 氢系统安全的基本要求

GB/T 31138 加氢机

GB/T 37182 气体分析 等离子发射气相色谱法

GB/T 37244 质子交换膜燃料电池车用燃料 氢气

GB/T 43306 气体分析 采样导则

GB/T 43361 气体分析 道路车辆用质子交换膜燃料电池氢燃料分析方法的确认

GB/T 43502.1 天然气 颗粒物的测定 第1部分：用光学法测定粒径分布

GB/T 43674 加氢站通用要求

GB/T 44238 质子交换膜燃料电池汽车用氢气 氢、氩、氮和烃类的测定 气相色谱法

GB/T 44244 质子交换膜燃料电池汽车用氢气 一氧化碳、二氧化碳的测定 气相色谱法

GB/T 44262 质子交换膜燃料电池汽车用氢气采样技术要求

QC/T 476 客车防雨密封性限值及试验方法

### 3 术语和定义

GB/T 37244和GB/T 24499界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用，以下重复列出了GB/T 29479—2012中的某些术语和定义。

#### 3.1

**移动实验室** mobile laboratory

满足特定目的和要求，由成套装置组成，在可移动的设施和环境中进行检测、校准或科学实验等活动的实验室。

[来源：GB/T 29479—2012，3.1]

### 3.2

**移动实验舱** mobile laboratory shelter

用于承载移动实验室实验人员、检测设备、校准设备及相关专业设施的舱体，能为正常开展检测校准或科学实验等活动提供适宜的作业环境。

[来源：GB/T 29479—2012，3.3]

## 4 技术要求

### 4.1 移动实验室要求

4.1.1 移动实验室处于下列外部环境条件时，应能正常工作：

- 环境温度：-40℃~45℃；
- 空气相对湿度：95%以下；
- 海拔高度：3000m以下；
- 四级及其以上公路；

4.1.2 移动实验室的外廓尺寸、轴荷及质量限值应符合 GB 1589 的规定。

4.1.3 移动实验室在路面附着系数不小于 0.7 时，应能稳定停放在 15%的坡道上。

4.1.4 移动实验室的侧倾稳定角应不小于 30°。

4.1.5 移动实验室的防雨密封性限值应不小于 94 分，分值计算符合 QC/T 476 的规定。

4.1.6 移动实验室应设置踏步，方便人员进出。踏步在承受 1.8kN 垂直向下静载荷时，应无塑性变形或损坏。

4.1.7 移动实验室应配有随车文件材料，包括合格证、说明书、维修保养手册、附件明细表及易损件清单。

## 4.2 载具要求

### 4.2.1 一般要求

应选用具有生产资质、国家许可的生产商生产的车辆、底盘和方舱。可在载具上设置调平机构以满足设备及开展工作要求。载具底部应有适当配重以降低重心，保持复杂路况行驶的稳定性 and 安全性。按照GB/T 29473—2020中5.1.4的规定，本文件描述的移动实验室为自行式。

### 4.2.2 载具性能要求

4.2.2.1 自行式载具外部照明及信号装置、制动距离、安全性能及其他指标应符合 GB 7258—2017 中 5.2.2.2 的规定。

4.2.2.2 应具备足够的动力，比功率应不小于 5.0 kW/t。

4.2.2.3 加速行驶车外噪声应符合 GB 1495—2002 第二阶段要求。

4.2.2.4 零部件无线电骚扰特性应符合 GB/T 18655 的规定。

## 4.3 移动实验舱要求

4.3.1 移动实验舱（以下简称“实验舱”）的舱体结构、可靠性、维修性、保温性、密闭性应符合 GB/T 29477—2012 中第 5 章和 GB/T 29479—2012 中 7.2.3 的规定，合理布局。

4.3.2 实验舱油漆涂层应喷涂均匀，不允许有裂纹、脱皮、分层、气泡、流痕和堆积等缺陷，应符合 QC/T 484 的规定。

4.3.3 实验舱内不应有任何使人致伤的尖锐突出物，内饰材料应符合 GB/T 29474—2012 中第 5 章的规定。

4.3.4 实验舱的承载能力应符合 GB/T 29477—2012 中 5.7.5、5.7.6 和 5.7.7 的规定。

4.3.5 实验舱宜分为工作区和辅助工作区，工作区应有出人控制，工作区空间大小应能满足操作要求。

4.3.6 实验舱内应有逃生标识，指示逃生通道。

4.3.7 实验舱的电磁屏蔽性能应符合 GB/T 29477—2012 中 5.5.4 的规定。

4.3.8 实验舱应配备卫星定位系统、行驶记录系统，能够进行卫星定位。



4.3.9 实验舱根据需求配备满足可调温设备，全程原始温度记录装置或仪器。

4.3.10 设备中应有隔断或固定措施，满足各类样品分开存放的要求。

4.3.11 实验舱设备、器具与载具的安装连接应牢固可靠，根据设备性能要求增加减震措施。实验舱设备宜留有人员维修通道。

4.3.12 实验舱内涉及到氢气管路应符合 GB/T 29729—2022 中 7.2.4 的规定。

#### 4.4 仪器设备要求

##### 4.4.1 氢气品质检测要求

移动实验室应至少具备 GB/T 37244 规定氢气中各杂质项目的检测能力，以及完成采样、质控、留样、进样、分析、数据采集和传输等工作。

##### 4.4.1.1 采样单元要求

采样应符合 GB/T 44262 的要求及所在地和采样现场相关安全规范。进行必要处理，保证氢气样品不泄漏且不与检测接口、管路以及气瓶发生物理反应和化学反应。具备适合的流量控制部件，满足高压出口采样需求。

##### 4.4.1.2 质控单元要求

具备获取低浓度标准气体的稀释能力，包括标准气、稀释气及稀释设备。分析仪器应采用标气进行标定，浓度范围应涵盖 GB/T 37244 所规定的氢气中杂质最大浓度。标准气体宜为国家有证标准物质。

##### 4.4.1.3 留样单元要求

留样气瓶按照 GB/T 43306 规定选择气瓶，留样的气体压力不应超过气瓶上的标识的工作压力，燃料电池用氢气采样气瓶不应与其他气体采样气瓶混用。留样的储存应符合 GB 4962—2008 中 6.3 的规定。

##### 4.4.1.4 进样单元要求

具备连接采样单元和分析单元，以及对标准气体和样品气体流路选择、流路切换的能力。

#### 4.4.1.5 分析单元要求

具备对不同杂质的分析检测能力。

#### 4.4.1.6 数据处理和采集单元要求

具备对采样、处理和存储移动实验室相关信息的能力。

#### 4.4.2 杂质检测方法对应的设备要求

移动实验室宜完成对水（H<sub>2</sub>O）、总烃、氧（O<sub>2</sub>）、氦（He）、总氮（N<sub>2</sub>）和氩（Ar）、二氧化碳（CO<sub>2</sub>）、一氧化碳（CO）、总硫、甲醛（HCHO）、甲酸（HCOOH）、氨（NH<sub>3</sub>）、总卤化合物以及颗粒物检测。其杂质检测项目推荐采用的方法、设备以及参考资料见表1。

表1 适用于测量氢气中杂质的分析方法

序号	检测项目	拟推荐采用的方法	检测设备	参考资料
1	水	露点法	露点仪	GB/T 5832.2
		光腔衰荡法	光腔衰荡光谱仪	GB/T 5832.3
2	氧	电化学法	微量氧分析仪	GB/T 6285
3	总烃	氢火焰离子化气相色谱法	气相色谱仪-氢火焰离子化检测器	GB/T 8984
4	甲烷	氦离子化气相色谱法	气相色谱仪—氦离子化检测器	GB/T 28726
		增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	GB/T 37182
5	氦	热导气相色谱法	气相色谱仪—热导检测器	GB/T 44238
6	氩	增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	GB/T 37182
		氦离子化气相色谱法	气相色谱仪—氦离子化检测器	GB/T 28726
7	氮	增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	GB/T 37182
		氦离子化气相色谱法	气相色谱仪—氦离子化检测器	GB/T 28726

8	CO/CO <sub>2</sub>	增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	GB/T 37182
		氦离子化气相色谱法	气相色谱仪—氦离子化检测器	GB/T 44244
9	甲醛	增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	GB/T 37182
10	甲酸	溶液吸收-离子色谱法	离子色谱仪	GB/T 43361
		傅里叶红外光谱法	傅里叶红外光谱仪	GB/T 43361
11	总硫	增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	参见附录 A
12	氨	溶液吸收-离子色谱法	离子色谱仪	GB/T 43361
13	总卤	有机卤：增强等离子体色谱法	气相色谱仪—增强等离子体检测器	GB/T 37182
		无机卤：溶液吸收-离子色谱法	离子色谱仪	GB/T 43361
14	颗粒物	激光散射法	激光粒子计数器	GB/T 43502.1

4.4.3 质量保证和控制

4.4.3.1 概述

操作条件发生改变、仪器设备部件维修更换时，或根据实验室质量控制条例要求，应进行质量控制检查。

4.4.3.2 质量控制程序

检测方法定期完成校准和标定：在每次使用移动检测设备之前，需要对设备进行校准和标定，以确保设备准确性和可靠性。可以使用标准气体进行校准和标定，以确保检测设备的准确性和可靠性。

设备的维护和保养：移动检测设备需要定期进行维护和保养。

4.4.3.3 质量控制要求

对每一个质控样品两次平行试验，两次测定结果的差值应符合方法规定的重复性要求，测定结果较

标准样品的标准值的相对偏差应符合相关标准要求。

#### 4.4.4 试验报告

检测报告应涵盖实验室所做的工作,并准确、清晰和明确地给出每一项检测结果和其他相关信息等。当需要时,应能提供所有质量控制结果(如:方法空白结果、基体加标结果等)和所用标准物质清单及其来源。

每份检测报告至少应包括以下信息:

- (1) 所使用的标准名称及代号、分析方法;
- (2) 样品名称、批号、采样地点、采样时间、采样压力等;
- (3) 测定结果;
- (4) 测定中观察到的任何异常现象及其说明;
- (5) 分析日期、实验室名称、试验人员姓名。

#### 4.5 环境要求

##### 4.5.1 温湿度要求

实验舱应配置独立的温湿度调节系统,工作状态时温度宜控制在 $(23\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 范围内,相对湿度宜控制在45%~95%范围内。

##### 4.5.2 噪声要求

系统正常工作后,工作区的噪声应不大于 68 dB。特殊实验区噪音应满足试验工作要求。

##### 4.5.3 气压要求

实验舱内气压应不影响人员和设备正常工作,宜控制在86 kPa~106 kPa范围内。被采样品对气压有特殊要求的应配备相应气压控制设备。

#### 4.5.4 避光要求

根据采集样品的特性和要求，实验舱应配备相应的避光区域或设施。

### 4.6 设施要求

#### 4.6.1 门窗要求

实验舱工作区的门应配置可视窗并可锁闭，门锁及门的开启方向应不妨碍室内人员逃生。

服装存放装置要求

#### 4.6.2 台面和座椅要求

实验舱工作区应有足够的空间、仓架和台面等可用于设备和物品，台面和座椅等应稳固，随车人员乘用折叠座椅应坚固耐用并有安全带，边角应圆滑。设备和物品摆放应便于清洁，实验台面应防水、耐腐蚀、耐高温和坚固。

#### 4.6.3 应急器材要求

实验舱工作区应配备应急器材，如灭火器等。

#### 4.6.4 照明要求

实验舱应设置应急照明装置且可以维持30 min以上，工作区的照度应不低于350lx，避免过强的光线和光反射。

#### 4.6.5 通信要求

移动实验室应配备计算机系统，建立检测远程指导处理平台系统和数据查询系统。具备向外部传输资料 and 数据的电子设备，通信系统的复杂性应与移动实验室的用途相适应。

#### 4.6.6 温湿度控制系统要求

移动实验室应配备满足氢气品质检测要求的温湿度控制系统，并符合GB/T 29600的规定。

#### 4.6.7 通风空调系统要求

实验舱应安装独立的送排风系统,或根据不同设备特殊需要配置辅助送排风系统。实验舱风向应符合定向气流的原则,不影响其他设备的正常功能。排风系统具有单独调节风速和风量的功能,材料具有耐酸碱及防止化学试剂腐蚀的功能。

#### 4.6.8 电力系统要求

电力供应满足实验室的所有用电要求,电压范围为 $(220\pm 10)$  V,频率范围为 $(50\pm 1)$  Hz。应有足够的固定电源插座,避免多台设备使用共同的电源插座。在使用发电机组供电时,应有可靠的接地系统,发电机应符合GB/T 2819的规定。应配备稳定和持续的电源,应配备不间断备用电源,应在关键节点安装漏电保护装置或监测报警装置。

#### 4.6.9 防雷装置要求

实验舱应设置有效的接地防雷装置,以保证人员、设备和舱体在野外作业的安全。仪器不工作时,接地装置应与拖地的链条连接;仪器工作时,接地装置应与外接电源地线或接地钎相连,同时应设置防静电接地。

### 5 试验方法

#### 5.1 基本方法

5.1.1 使用温度计、干湿温度计、气压表测量试验环境的温度、湿度、气压,选择四级及其以上公路进行路面试验,试验极限环境可采用人工模拟方式获得。

5.1.2 按 GB/T 12673 规定的试验方法检验外廓尺寸,按 GB/T 12674 规定的试验方法检验质量参数。

5.1.3 按 GB 7258 规定的试验方法检验驻坡性能。

5.1.4 按 GB/T 14172 规定的试验方法检验侧倾稳定性。

5.1.5 按 QC/T 476 规定的试验方法检验防雨密封性。

5.1.6 将踏步展开成工作状态，在任一踏步外侧的中点部位垂直向下施加 1.8 kN 的力，保持 30 min 后卸载，检查踏步有无变形或损坏。

5.1.7 目视检查移动实验室的随车文件材料。

## 5.2 载具

### 5.2.1 一般要求

应按 4.2.1 的要求目视检查载具。

5.2.2 按 GB 7258 规定的试验方法检验自行车式载具的安全性能、外部照明及信号装置、制动距离。

5.2.3 按 GB 1495—2002 规定的试验方法检验加速行驶车外噪声。

5.2.4 按 GB/T 18655 规定的试验方法检验无线电骚扰特性。

## 5.3 实验舱

5.3.1 按产品说明书和配置要求检查实验舱的布局。

5.3.2 按 QC/T 484 规定的试验方法检查实验舱油漆涂层。

5.3.3 按 GB/T 29474—2012 规定的试验方法检查实验舱内饰。

5.3.4 按 GB/T 29477—2012 中 6.6.4、6.6.5 和 6.6.6 的试验方法检验实验舱的承载能力。

5.3.5 目视检查工作区出入控制、空间大小。

5.3.6 目视检查并体验人员逃生通道，检查实验舱逃生标识。

5.3.7 按 GB/T 29477—2012 中 6.4.4 的试验方法检验实验舱的电磁屏蔽性。

5.3.8 目视检查实验舱卫星定位系统、行驶记录系统及其功能性。

5.3.9 目视检查实验舱的可调温设备、全程原始温度记录装置或仪器，实验舱样品存放设备及隔断或固定措施。

5.3.10 目视检查实验舱设备、器具与载具的固定连接。

## 5.4 仪器设备

5.4.1 目视检查实验舱内采样单元、质控单元、留空单元、分析单元、数据处理和采集单元构成。

5.4.2 目视检查氢气品质检测杂质对应的检测设备以及其耗材配置。

## 5.5 环境

5.5.1 开启温湿度调节系统，用温度计、湿度计分别测量实验舱内温度和湿度值。

5.5.2 使用声级计测量人员操作活动空间的噪声。

5.5.3 使用气压计检查实验舱内气压。

5.5.4 目视检查实验舱内的避光区域或设施。

## 5.6 设施

5.6.1 目视检查工作区门窗设置。

5.6.2 目视检查工作区的仓架、台面和座椅。

5.6.3 目视检查工作区应急器材。

5.6.4 使用照度计测量工作区的光照度。

5.6.5 目视检查移动实验室计算机系统、通信设备的配置，并实际运行操作试验。

5.6.6 开启移动实验室温湿度控制系统，按照 GB/T 29600 的试验要求检测。

5.6.7 目视检查实验舱的送排风系统。

5.6.8 目视检查移动实验室插座布设及使用情况，用万用表检测电压及频率。

5.6.9 目视检查实验舱是否有接地防雷装置。用接地电阻测试仪测试接地电阻，不大于  $10\Omega$ 。目视检查漏电保护装置或监测报警装置。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

移动实验室检验分为型式检验与出厂检验。



## 6.2 型式检验

6.2.1 凡属下列情况之一者，应进行型式检验：

- a) 新产品定型时；
- b) 停产一年以上，恢复生产时；
- c) 正常生产后，结构、材料、工艺有较大更改时；
- d) 正常生产后，企业质量部门有相关规定时：出厂检验结果与上次型式检验有重大差异时；
- e) 国家产品质量监督部门提出进行型式检验要求时。

6.2.2 型式检验的检验项目应按附录 C 执行。

6.2.3 型式检验应至少抽取 1 台移动实验室进行检验，只要有一项不合格，即判定该产品不合格。

### 6.2.4 出厂检验

6.2.4.1 每间实验室应经质量检验部门检验合格、签发合格证后方可入库、出厂。

6.2.4.2 出厂检验的检验项目应按附录 C 执行。

6.2.4.3 出厂检验中，只要有一项指标不合格，即判定该移动实验室为不合格。

## 7 标志、包装、运输及贮存

### 7.1 标志

移动实验室标记及铭牌应符合 GB/T 29473—2020 中 5.3 的规定。

### 7.2 包装

移动实验室包装前应加以清理，内部不应残留异物，锁闭门窗。包装材料应牢固可靠。经供需双方商定，可简易包装或免除包装。

### 7.3 运输

产品在运输时应以自驶或拖曳方式上下车（船），若必须用吊装方式装卸时，应使用专用吊具装卸，避免损伤产品。

#### 7.4 贮存

长期停放的产品，应将冷却液及燃油放尽，电源断开，门窗封闭，放置于干燥、通风、防蚀的场所，并按产品使用说明书的规定进行定期保养。对环境温度有特殊要求的仪器设备，应贮存于具有适宜环境温度的固定实验室内。

附录 A

(资料性)

气相色谱仪-等离子体检测器测定氢气中硫化物的方法

A.1 范围

本附录规定了氢气中硫化物含量用气相色谱仪-等离子体检测器（GC-EPD）测定的方法，具体分析物有硫化氢、羰基硫、甲硫醇、二硫化碳，见表 A.1 所示。

表 A.1 含硫化合物

化合物	分子式	分子量	BP, °C	MP, °C	CAS编号
硫化氢	H <sub>2</sub> S	34.08	-61	-86	7783-06-4
羰基硫	COS	60.07	-50	-139	463-58-1
甲硫醇	CH <sub>3</sub> SH	48.11	6	-123	74-93-1
二硫化碳	CS <sub>2</sub>	76	46.5	-111.6	75-15-0

A.2 方法概要

将试样导入配置的两阀两柱的气相色谱仪，通过调节十通阀以及六通阀的开启和关闭时间，在不同时间点改变载气流过第一色谱柱的方向，实现试样中的大量氢气通过十通阀放空，然后试样经六通阀，再通过第二色谱柱被分离，进入增强等离子体检测器检测。采用外标法定量。

A.3 试剂与材料

A.3.1 气体

载气：氦气，纯度不低于 99.9999%。

检测器放电区气体、阀体驱动气、阀保护气电子流量控制部件的保护气。在测量痕量 nmol/mol 级浓度的分析物时，应使用纯化器，以确保经纯化后的载气中的杂质小于 1nmol/mol。

A.3.2 气体标准物质

气体标准物质的生产（研制）机构的资质应符合 JJF1342 的要求。使用者应优先选用有证气体标准物质，气体标准物质标称值宜取 3 位有效数字。

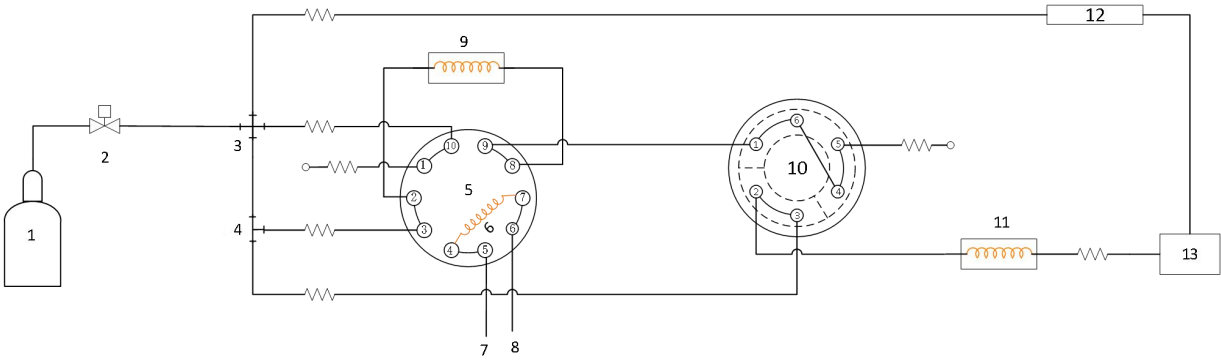
至少配制含 2 组不同含量水平的待测杂质气体标准物质，平衡气为氢气。其中之一作为日常校准用标样，目标值宜与 GB/T 37244 或其他用途氢气要求的技术指标限值相同或相近。其余含量水平标准物

质可作为质量控制样品。

A. 4 仪器

A. 4. 1 气相色谱仪

气相色谱仪配置增强等离子体检测器构成。典型气路流程示意图见图 A.1。



标引序号说明：

- 1—氦气载气钢瓶；
- 2—钢瓶减压阀；
- 3—四通；
- 4—三通；
- 5—十通阀
- 6—定量环；
- 7—样品入口；
- 8—样品出口；
- 9—色谱柱1；
- 10—六通阀；
- 11—色谱柱2；
- 12—渗透管；
- 13—增强等离子体检测器。

图 A. 1 气路流程示意图

A.4.2 色谱柱

通常情况下使用 2 根 RT-XLsulfur 1/16”×1m。

A. 5 试验步骤

A. 5.1 采样

燃料电池用氢气采样应符合GB/T 44262的要求及所在地和采样现场相关安全规范。

A. 5.2 操作条件

典型的色谱仪操作条件见表 A.2。

表 A.2 典型工作条件

参数	设定值
定量环	4 mL
色谱柱	90℃，保持 5.5min，升温速率 30℃/min，升温到 220℃，保持 5min
色谱柱流量	流速 20mL/min
增强型等离子体检测器	氦气流速 20mL/min
载气	氦气

A. 5.3 进样

A. 5.3.1 一般要求

气瓶与色谱仪进样口连接应遵循气体接触面积尽量小、连接距离尽量短的原则。宜选用针形阀作为气体流量调节阀，连接管线宜选用钝化不锈钢管。应采用相同进样方式、相同气体吹扫流量测试校准样品和被测样品。

A. 5.3.2 进样方式

打开样品气或校准气气瓶的出口阀，用下述两种方式之一吹扫包括定量环在内的进样系统。

——不间断吹扫法。在一个试样的测试序列运行期间，保持气瓶出口阀打开，持续用一定流量的气体吹扫进样系统。气体的流量宜稳定在 20mL/min~30mL/min 某一固定值。

——间歇吹扫法。用稳定的气体流量吹扫进样系统至少 2min，关闭气瓶出口阀，约 2s~5s 后，立即启动分析流程，将定量环中气样导入色谱柱中。气体的流量宜稳定在 20mL/min~30mL/min 某一固定值。

注：可以在样品吹扫管路出口连接流量计观察气体流量，或者具备控制流量的电子阀。

A. 5.4 校准样品分析

对校准用气体标准物质进行 5 次初始测定，直至出现连续 2 次测定结果的差值满足重复性要求为止，取其平均值作为定量依据。典型色谱图见图 A.2。样品分析当日应进行校准分析。

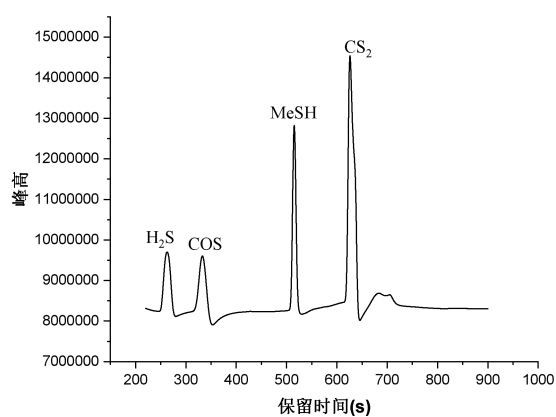


图 A.2 硫化物典型谱图

#### A.5.5 样品分析

用与校准样品完全相同的分析条件，对样品进行 5 次初始测定，随后继续测定，直至出现连续 2 次测定结果差值满足重复性要求为止，取这 2 次结果平均值作为样品的计算用数据。

#### A.5.6 仪器待机

未进行样品分析时，气体流速降低至 5mL/min。仪器应尽可能不停机，频繁开关机会导致仪器状态不稳定。

### A.6 精密度

A.6.1 重复性：在重复性条件下获得的两次独立测试结果测定值的相对偏差不大于平均值的 10%。

A.6.2 再现性：在再现条件下获得的两次独立测试结果的测定值的相对偏差不大于平均值的 20%。

## 附录 B

(资料性)

## 氢气中无机卤化物、氨、甲酸的测定方法

## B.1 范围

本附录规定了氢气中无机卤化物、氨和甲酸的溶液吸收及离子色谱法，本方法适用于测定氢气中无机卤化物、氨以及甲酸。本方法以测试 HCl、NH<sub>3</sub>、HCOOH 为例，采样体积 1.5L，吸收液体积为 10mL，对应的检出限分别为 0.001μmol/mol、0.003μmol/mol、0.001μmol/mol。

## B.2 方法概要

氢气样品中无机卤化物、甲酸以及氨被超纯水吸收后生成卤离子、甲酸根离子和铵根离子，卤离子和甲酸根离子经阴离子色谱柱交换分离，铵根离子经阳离子色谱柱交换分离，最终由电导检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

## B.3 试剂与材料

## B.3.1 试剂

氢氧化钾 (KOH)：电子级，99.99%。

甲磺酸 (CH<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>H)：优级纯，99.5%。

## B.3.2 实验用水

超纯水：符合电导率 (25℃) 不大于 0.0055mS/m (相当于电阻率 18.2MΩ·cm) 的去离子水。

## B.3.3 标准溶液

氟离子标准溶液：ρ (F<sup>-</sup>) = 100 mg/L，或者根据需求，选择适宜的标准溶液浓度。

氯离子标准溶液：ρ (Cl<sup>-</sup>) = 100 mg/L，或者根据需求，选择适宜的标准溶液浓度。

溴离子标准溶液：ρ (Br<sup>-</sup>) = 100 mg/L，或者根据需求，选择适宜的标准溶液浓度。

甲酸标准溶液：ρ (HCOO<sup>-</sup>) = 100 mg/L，或者根据需求，选择适宜的标准溶液浓度。

铵根离子标准溶液：ρ (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) = 100 mg/L，或者根据需求，选择适宜的标准溶液浓度。

## B.3.4 标准工作气体

氯化氢气体标准物质：氯化氢体积分数为  $0.05\mu\text{mol/mol}$ ，平衡气为氮气或氢气，可由高浓度有证标准物质经气体稀释仪稀释制备。

甲酸气体标准物质：甲酸体积分数为  $0.1\mu\text{mol/mol}$ ，平衡气为氮气或氢气，可由高浓度有证标准物质经气体稀释仪稀释制备。

氨气气体标准物质：氨气体积分数为  $0.1\mu\text{mol/mol}$ ，平衡气为氮气或氢气，可由高浓度有证标准物质经气体稀释仪稀释制备。

## B.4 仪器与设备

### B.4.1 仪器

#### B.4.1.1 离子色谱仪

配有电导检测器。配有阴离子色谱柱和阳离子色谱柱；阴离子色谱柱：聚二乙烯基苯/二乙烯基苯/聚乙二醇基质，具有烷基季铵或烷醇季铵官能团、亲水性、高容量色谱柱和阴离子保护柱。

#### B.4.1.2 阳离子色谱柱

聚甲基丙烯酸酯基质，具有磺酸基官能团、亲水性、高容量色谱柱和阳离子保护柱。

#### B.4.1.3 自动吸收

吸收瓶及管路采用惰性材料，对无机卤化物、氨和甲酸没有吸附。气体进入吸收瓶被吸附前，不应与流量控制模块直接接触，以免被吸附，影响检测。图 B.1 气路流程示意图。

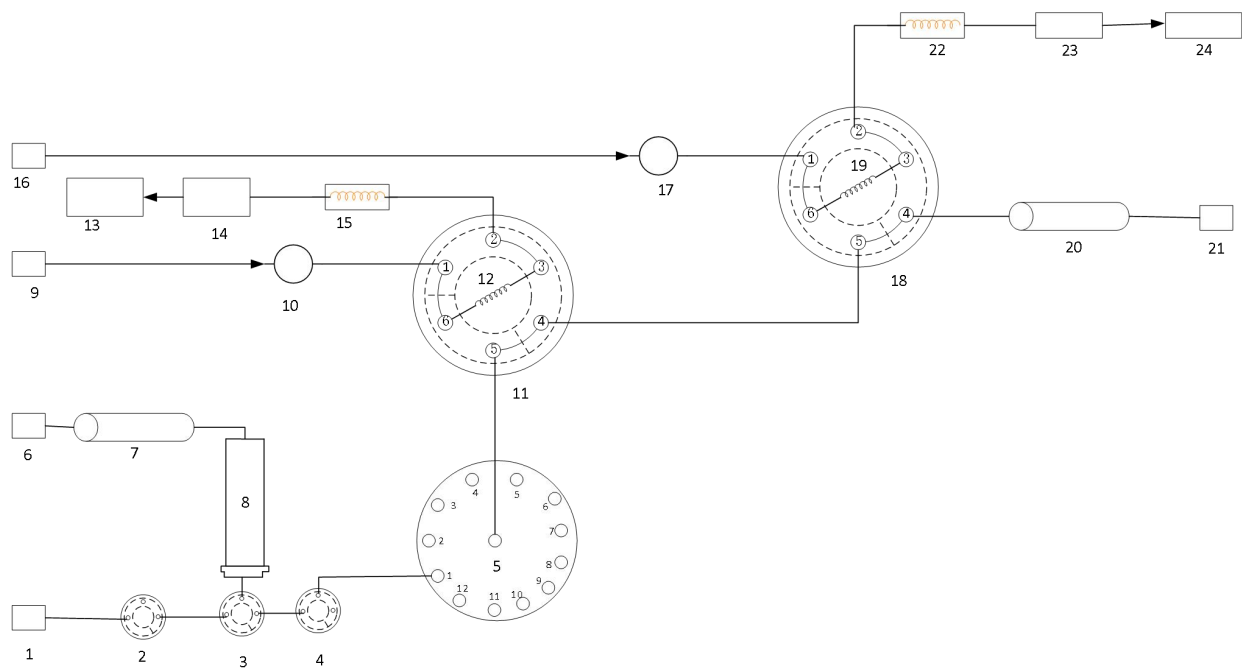
#### B.4.1.4 气体稀释仪

可稀释倍数为 20 倍~400 倍，所有管路内壁和连接部件经过惰性化处理。

#### B.4.1.5 天平

分度值为  $0.001\text{g}$ 。





标引序号说明：

- |             |            |
|-------------|------------|
| 1—氢气样品；     | 2—三通阀 1；   |
| 3—三通阀 2；    | 4—三通阀 3；   |
| 5—取样器；      | 6—超纯水；     |
| 7—注射泵 1；    | 8—样品出口；    |
| 9—淋洗液 1；    | 10—高压泵 1；  |
| 11—六通阀 1；   | 12—定量环；    |
| 13—电导检测器 1； | 14—抑制器 1；  |
| 15—色谱柱 1；   | 16—淋洗液 2；  |
| 17—高压泵 2；   | 18—六通阀 2；  |
| 19—定量环 2；   | 20—注射泵 2；  |
| 21—超纯水；     | 22—色谱柱 2；  |
| 23—抑制器 2；   | 24—电导检测 2。 |

图 B.1 气路流程示意图

B.4.1.6 典型的实验条件

阴离子通道：淋洗液：21 mmol/L KOH，输液泵（阴）：0.8 mL/min，电流：105 mA。  
阳离子通道：淋洗液：1.5 mmol/L 甲烷磺酸，输液泵（阳）：0.8 mL/min，电流：65 mA。  
温度：45 ℃，样品气流量：75 mL/min，吸收时间：20 min，吸收液体积：10 mL。

B.4.2 设备

- B.4.2.1 纯水机：能够生产符合实验用水要求的水处理设备。
- B.4.2.2 容量瓶：容量 2000mL，或者根据需求，选择适宜容量的容量瓶。
- B.4.2.3 移液枪：100μL，或者根据需求，选择适宜量程的移液枪。

B. 4. 2. 4 采样气瓶：按照 GB/T 43306 规定选择采样气瓶。

B. 5 试验步骤

B. 5. 1 淋洗液制备

B. 5. 1. 1 阴离子淋洗液配置

准确称量 1.176g 氢氧化钾，用超纯水定容至 1000mL，浓度为 21mmol/L。或者采用淋洗液发生器在线制备。注意：淋洗液配置和使用过程应避免与可吸附气体接触。

B. 5. 1. 2 阳离子淋洗液配置

移液枪准确吸取 0.1mL 甲烷磺酸溶液，用超纯水定容至 1000mL，浓度为 1.5mmol/L。或者采用淋洗液发生器在线制备。注意：淋洗液配置和使用过程应避免与可吸附气体接触。

B. 5. 2 标准曲线建立

建立能够覆盖样品浓度范围的五个点的标准曲线，标准系列目标化合物的浓度参考表 1。由低浓度到高浓度气态标准样品，经吸收液吸收后，依次移取注入离子色谱仪。以标准系列溶液中目标化合物的浓度（ $\mu\text{mol/mol}$ ）为横坐标，以峰面积为纵坐标，建立氨、甲酸、氯化氢校准曲线。

表B. 1 目标化合物标准系列浓度

序号	标准系列浓度（ $\mu\text{mol/mol}$ ）		
	氨	甲酸	氯化氢
1	0.025	0.01	0.005
2	0.10	0.20	0.050
3	0.50	0.50	0.20
4	1.00	1.00	1.00
5	5.00	5.00	5.0

典型的色谱图如下图：

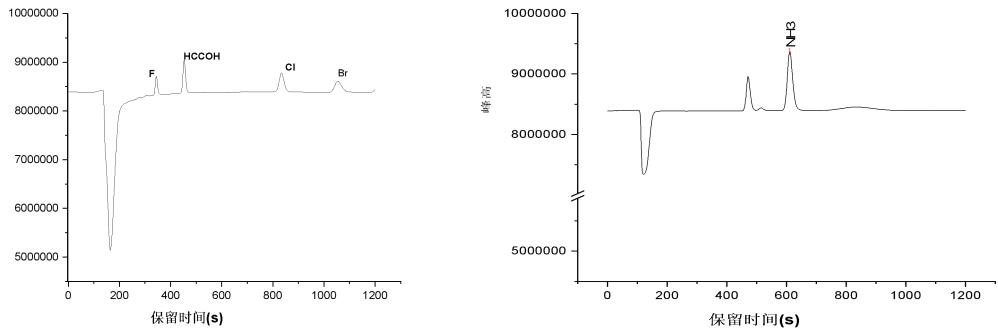


图 B. 2 典型阴离子色谱图和阳离子色谱图

### B.5.3 试样测定

按照与标准曲线的建立相同步骤（B.5.2）及离子色谱条件进行试样测定。

### B.5.4 空白试样

按照与试样测定相同的步骤（B.5.3）及离子色谱条件进行实验室空白试样超纯水（吸收液）的测定。

## B.6 结果计算与表示

### B.6.1 结果计算

氢气中氨、甲酸、卤化物的摩尔质量浓度按照公式（1）进行计算：

$$C_x = \frac{\rho_x V_x}{V_{nd}} \times \frac{V_m}{M_x} \quad (1)$$

式中：

$C_x$ ——氢气中所测 $x$ 的体积分数，单位为微摩尔每摩尔（ $\mu\text{mol/mol}$ ）；

$\rho_x$ ——氢气中所测 $x$ 的体积分数，单位为毫克每升（ $\text{mg/L}$ ）；

$V_x$ ——吸收液体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$V_{nd}$ ——标准状态下（101.325 kPa，273.15K）采样体积，单位为升（ $\text{L}$ ）；

$V_m$ ——标准状态下气体摩尔体积，单位为升每摩尔（ $\text{L/mol}$ ）（ $V=22.4$ ）；

$M_x$ —— $x$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔（ $\text{g/mol}$ ）。

### B.6.2 结果表示

测定结果精确到 0.001mol。

## B.7 精密度

B.7.1 重复性：在重复性条件下获得的两次独立测试结果测定值的相对偏差不大于平均值的 10%。

B.7.2 再现性：在再现条件下获得的两次独立测试结果的测定值的相对偏差不大于平均值的 20%。

附录 C  
(规范性)  
移动实验室检验项目

移动实验室检验项目见表 C.1。

表 C.1 移动实验室检验项目

序号		检验项目	检验要求	检验方法	型式检验	出厂检验
1	基本要求	试验环境	4.1.1	5.1.1	*	—
2		外廓尺寸及质量限值	4.1.2	5.1.2	*	*
3		模拟路面试验	4.1.3	5.1.3	*	—
			4.1.4	5.1.4	*	—
4		防雨密封性试验	4.1.5	5.1.5	*	—
5		踏步检验	4.1.6	5.1.6	*	*
7		文件齐全性	4.1.8	5.1.8	*	—
8	载具要求	一般要求	4.2.1	5.2.1	*	*
9		性能要求	4.2.2	5.2.2	*	*
11	实验舱要求	实验舱舱体结构、可靠性、维修性、保温性、密闭性	4.3.1	5.3.1	*	—
12		实验舱油漆涂层	4.3.2	5.3.2	*	—
13		内装饰、内饰材料	4.3.3	5.3.3	*	—
14		承载能力	4.3.4	5.3.4	*	—
15		出入控制、工作区空间大小	4.3.5	5.3.5	*	—
16		逃生标示、通道	4.3.6	5.3.6	*	—
17		电磁屏蔽性能	4.3.7	5.3.7	*	—
18		卫星定位系统、行驶记录系统	4.3.8	5.3.8	*	*
19		样品储存运输设备、温度记录装置	4.3.9	5.3.9	*	*
20		固定连接、减震措施	4.3.10	5.3.10	*	—
21	仪器设备要求	氢气品质检测要求	4.4.1	5.4.1	*	—
		检测方法对应的设备	4.4.2	5.4.2	*	—
23	环境要求	温湿度	4.5.1	5.5.1	*	*
24		噪声	4.5.2	5.5.2	*	—
25		气压	4.5.3	5.5.3	*	—
26		避光	4.5.4	5.5.4	*	—
27	设施要求	门窗	4.6.1	5.6.1	*	—
29		台面和座椅	4.6.2	5.6.2	*	—
30		应急器材	4.6.3	5.6.3	*	—

31		照 明	4. 6. 4	5. 6. 4	*	*
32		通信	4. 6. 5	5. 6. 5	*	*
33		温湿度控制系统	4. 6. 6	5. 6. 6	*	—
34		通风空调系统	4. 6. 7	5. 6. 7	*	*
36		电力系统	4. 6. 8	5. 6. 8	*	—
37		防雷装置	4. 6. 9	5. 6. 9	*	—
注：“*”表示需要检验；“—”表示无需检验。						