

中华人民共和国国家标准

GB/T 4842—1995

纯 氩

代替 GB 4842—84
GB 4843—84

Pure argon

1 主题内容与适用范围

本标准规定了纯氩产品的技术要求、检验方法、验收规则以及包装、标志、贮存与运输。

本标准适用于深冷法从空气、合成氨尾气中提取的气态和液态纯氩,主要用于金属焊接、冶炼等。

分子式:Ar

相对分子质量:39.948(按1991年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 5099 钢质无缝气瓶

GB/T 5831 气体中微量氧的测定 比色法

GB/T 5832.1 气体中微量水分的测定 电解法

GB/T 5832.2 气体中微量水分的测定 露点法

GB/T 6285 气体中微量氧的测定 电化学法

GB 7144 气瓶颜色标记

GB/T 8981 气体中微量氢的测定 气相色谱法

GB/T 8985 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物总含量的测定 气相色谱法

GB/T 14852 气体中微量氧的测定 黄磷发光法

3 技术要求

纯氩的质量应符合表1的要求。

表 1

项 目		指 标
氩纯度, 10^{-2}	\geq	99.99
氢含量, 10^{-6}	\leq	5
氧含量, 10^{-6}	\leq	10
氮含量, 10^{-6}	\leq	50
总碳含量(以甲烷计), 10^{-6}	\leq	10
水分含量, 10^{-6}	\leq	15

注：① 表中纯度和含量为体积分数(V/V)。

② 液体纯氩不规定水分含量。

4 检验方法

4.1 氩纯度的测定

本标准采用扣除杂质含量的差减法计算氩纯度。

氩纯度按式(1)计算：

$$\varphi = 100 - (\varphi_1 + \varphi_2 + \varphi_3 + \varphi_4 + \varphi_5) \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

- 式中： φ ——氩纯度(体积分数)， 10^{-2} ；
 φ_1 ——氢的含量(体积分数)， 10^{-6} ；
 φ_2 ——氧的含量(体积分数)， 10^{-6} ；
 φ_3 ——氮的含量(体积分数)， 10^{-6} ；
 φ_4 ——总碳的含量(体积分数)， 10^{-6} ；
 φ_5 ——水分的含量(体积分数)， 10^{-6} 。

4.2 氢和氮含量的测定

4.2.1 方法和原理

采用气相色谱法，以热导池为检测器。当样品经色谱柱分离后进入热导池时，由于组分和浓度的改变，就会从热敏元件上带走不同的热量而使热敏元件的电阻值发生变化。因此在测量电桥的输出端就立即输出相应的信号，由此测定各组分的含量。

4.2.2 分析仪器

采用气相色谱仪，要求对氢的检测限应小于 1×10^{-6} ，对氮的检测限应小于 15×10^{-6} ，色谱系统中氢、氮杂质浓度应小于本标准技术指标的 10%。气相色谱仪示意流程如图 1 所示。

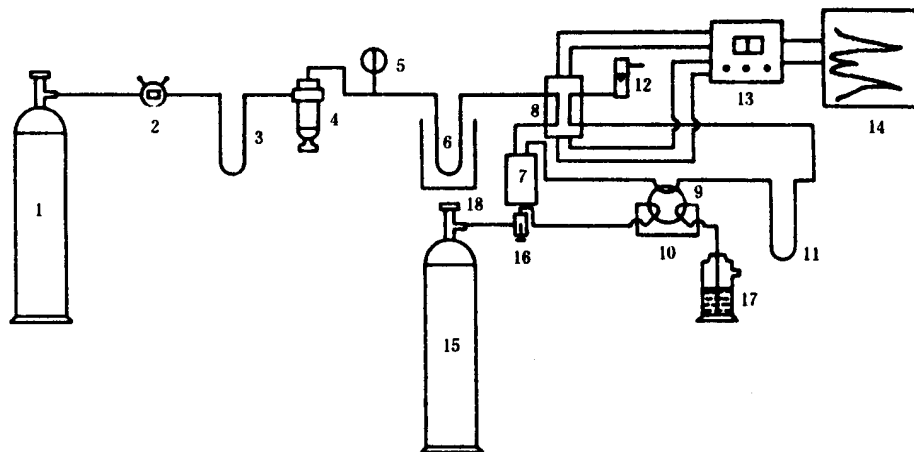


图 1 气相色谱仪流程图

- 1—载气气瓶；2—减压表；3—分子筛干燥管；4—稳压阀；5—压力表；6—
 锆铝-16 合金纯化器；7—缓冲瓶；8—热导池；9—六通进样阀；10—定量管；
 11—色谱柱；12—转子流量计；13—测量电桥；14—记录仪；15—样品气瓶或
 标准气气瓶；16—针形阀；17—水封瓶；18—电炉

4.2.3 纯化器和色谱柱的准备

4.2.3.1 纯化器的准备

将约 150 g 250~400 μm 锆铝-16 合金装入纯化器，在 750~800 $^{\circ}\text{C}$ 下通纯氩活化 2.5 h。

锆铝-16合金可以多次活化,反复使用。

4.2.3.2 色谱柱的准备

将色谱分析用的 250~400 μm 13X 分子筛或 5A 分子筛装入内径 4 mm 长 1 m 不锈钢管内,在 300~350 $^{\circ}\text{C}$ 温度下通纯氩活化 3~3.5 h。

4.2.4 参考操作条件

4.2.4.1 载气流速:20 mL/min;

4.2.4.2 定量管容积:5 mL;

4.2.4.3 四臂热导池单臂冷阻:大于 120 Ω ;

4.2.4.4 工作电流:100mA;

4.2.4.5 纯化器工作温度:400~450 $^{\circ}\text{C}$;

4.2.4.6 色谱柱柱温:室温;

4.2.4.7 记录仪:0~1 mV 自动平衡电位差计。

4.2.5 测定步骤

4.2.5.1 仪器启动

开启载气,调节载气流速至 20 mL/min,待载气流速稳定后,接通热导池电源,调节工作电流至 100mA,待仪器稳定后将标准气经针形阀、金属取样管与仪器连接。

4.2.5.2 定标

开启标准气瓶阀,用针形阀调节流量,充分置换针形阀,取样管道和定量管,然后切换六通阀进样,测出相应的氢、氮峰面积,重复进行二次,其相对偏差不得大于 10%,取其平均值。

标准气以氩为底气,氢、氮含量与本标准技术要求中的指标相近。

采用的标准气应有国家技术监督局的认证标志和编号。

4.2.5.3 测定

开启样品气瓶阀,操作按 4.2.5.2 进行,取其平均值进行计算。

4.2.6 计算方法

待测组分含量按式(2)计算:

$$\varphi = \frac{\varphi' \cdot A_1}{A_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: φ ——样品中待测组分 i 的含量(体积分数), 10^{-6} ;

φ' ——标准气中组分 i 的含量(体积分数), 10^{-6} ;

A_1 ——样品气组分 i 的峰面积, mm^2 ;

A_2 ——标准气组分 i 的峰面积, mm^2 ;

i ——分别代表待测组分氢、氮。

当半宽度不变时,可用峰高定量。

4.2.7 氢含量的测定允许按 GB/T 8981 执行。

4.3 氧含量的测定

按 GB/T 5831 或 GB/T 6285 或 GB/T 14852 执行,但仲裁方法为 GB/T 5831。

4.4 总碳含量的测定

按 GB/T 8985 执行。

4.5 水分含量的测定

按 GB/T 5832.1 或 GB/T 5832.2 执行,两种方法具有同等效力。

5 检验规则

5.1 纯氩产品由生产厂技术监督部门进行检验。应保证所有出厂的纯氩符合本标准要求。

5.2 瓶装纯氩按表 2 规定的瓶数随机抽样检验,成批验收。当检验结果有一瓶不符合本标准技术要求时,应重新随机加倍抽样检验,若仍有一瓶不符合本标准技术要求时,则该批产品为不合格品。

表 2

产品批量,瓶	<50	50~100	>100
抽样数量,瓶	2	3	4

5.3 液态纯氩用贮槽或槽车装运时,应从每个贮运容器中采样进行检验。

5.4 用户亦按照本标准进行验收。

5.5 用户和生产厂家对产品质量有意见分歧时,由双方共同检验或提请仲裁。

6 包装、标志、贮存及运输

6.1 纯氩的包装、贮存及运输应符合《压力容器安全监察规程》、《气瓶安全监察规程》、《危险货物运输规则》以及运输部门的有关规定。

6.2 纯氩气瓶标志应符合 GB 190 规定,颜色标记应符合 GB 7144 的规定。

6.3 纯氩气瓶最高允许压力应符合 GB 5099 的规定。

6.4 瓶装纯氩的充装压力 20℃时为 15.0±0.5 MPa。

6.5 气瓶与气阀螺纹联接处,气阀出口及阀杆间隙处不得泄漏,气瓶出厂时应戴瓶帽。

6.6 测定瓶装纯氩的压力应在确认气体温度与环境温度相近时进行,测量用的压力表精度不低于 2.5 级,量程为 0~25.0 MPa。

6.7 返回生产厂的空瓶要求瓶内余压不得低于 0.2 MPa,没有余气的气瓶以及经水压试验的气瓶,在充装前必须经过处理后方可充装。

6.8 瓶装纯氩的体积按 GB/T 4842.2 附录 A(补充件)计算。

6.9 液态纯氩用贮槽或槽车装运时应符合本标准 6.1 的规定。

6.10 将液态纯氩质量换算为 20℃,0.101 3 MPa 状态下气态纯氩的体积按式(3)计算。

$$V = m/1.662 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——液态纯氩换算成气态纯氩的体积, m^3 ;

m ——液态纯氩的质量, kg ;

1.662——纯氩的密度, kg/m^3 。

6.11 纯氩出厂时应附有质量合格证,其内容应包括:

- a. 产品名称;
- b. 生产厂名称;
- c. 生产日期或批号;
- d. 纯氩的体积(m^3)、压力(MPa)或质量(kg);
- e. 本标准号。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部西南化工研究院技术归口。

本标准由上海比欧西气体工业有限公司、西南化工研究院负责起草。

本标准主要起草人李宗极、颜伯举。