



中华人民共和国国家标准

GB/T 4842—2006

代替 GB/T 4842—1995, GB/T 10624—1995



2006-09-01 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 4842—1995《纯氩》和 GB/T 10624—1995《高纯氩》。

本标准与 GB/T 4842—1995 和 GB/T 10624—1995 相比主要变化如下：

- 合并两标准为一个标准；
- 修改高纯氩的适用范围(本标准的 1, GB/T 10624—1995 的 1)；
- 增加集装格装、集束瓶和罐车装氩气产品并规定检验方法(本标准的 4.1.3)；
- 修改规范性引用文件(本标准的 2, GB/T 4842—1995 的 2, GB/T 10624—1995 的 2)；
- 修改技术指标内容：删去高纯氩优等品、一级品产品；把纯氩总碳含量分解为只测定甲烷、一氧化碳和二氧化碳，高纯氩总碳含量为甲烷+一氧化碳+二氧化碳，并可单独测量；调整氢、氧、氮、水的含量；把水分含量纳入纯度计算(本标准的 3、4.2, GB/T 4842—1995 的 3、4.1, GB/T 10624—1995 的 3、4.1)；
- 修改高纯氩抽样方法(本标准的 4.1.2, GB/T 10624—1995 的 5)；
- 增加新的分析方法：增加氧化锆气相色谱法测定氩气中的氢、氧、甲烷和一氧化碳；增加用离子迁移气相色谱法、氩离子化气相色谱法和氩放电离子化气相色谱法测定氩气中的氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳和二氧化碳组分；增加其他方法测定水分；当出现多种分析方法时，增加规定仲裁方法(本标准的 4.3)；
- 删除原标准中采用电子迁移气相色谱法测定氩中氮的方法(GB/T 10624—1995 的 4.2)；
- 增加安全规定(本标准的 5.6)；
- 增加规范性附录 A，并把采用离子迁移气相色谱法、氩离子化气相色谱法和氩放电离子化气相色谱法测定氩气中的氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳和二氧化碳组分的方法写入该附录(本标准的附录 A)。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国气体标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：武汉钢铁集团氧气有限责任公司、中国科学院大连化学物理研究所科纳科技开发公司、北京赛思瑞泰科技有限公司、西南化工研究设计院。

本标准主要起草人：陈文宇、王贵悦、张丙新、周鹏云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB 4842—1984、GB 4843—1984、GB 10624—1989、GB 10625—1989、GB/T 4842—1995、GB/T 10624—1995。

氩

1 范围

本标准规定了纯氩、高纯氩的要求、试验方法以及包装、标志、贮运及安全。

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和高纯氩,以及经净化方法得到的纯氩和高纯氩。它们主要用于金属冶炼与焊接、半导体制造、电光源、标准样品的制备、科学研究等行业。

分子式:Ar。

相对分子质量:39.948(按 2001 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB 5099 钢质无缝气瓶(GB 5099—1994, neq ISO 4705:1993)

GB/T 5832.1 气体湿度的测定 第1部分: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 8984.1 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的测定 第1部分:气体中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的测定 气相色谱法

GB/T 8984.2 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的测定 第2部分: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 14194 永久气体气瓶充装规定

GB 16912 氧气及相关气体安全技术规程

HG/T 2686 惰性气体中微量氢、氧、甲烷、一氧化碳的测定 氧化锆气相色谱法

JB/T 5905 真空多层绝热低温液体容器

JB/T 6897 低温液体运输车

JB/T 6898 低温液体贮运设备使用安全规则

《气瓶安全监察规程》

《压力容器安全监察规程》

《压力管道安全管理与监察规定》

3 要求

3.1 纯氩的质量应当符合表1的技术要求。

表 1 纯氩技术指标

项 目	指 标
氩气(Ar)纯度(体积分数)/ 10^{-2}	$\geq$ 99.99
氢(H ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 5
氧(O ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 10
氮(N ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 50
甲烷(CH ₄)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 5
一氧化碳(CO)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 5
二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 10
水分(H ₂ O)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 15

3.2 高纯氩的质量应当符合表 2 的技术要求。

表 2 高纯氩技术指标

项 目	指 标
氩气(Ar)纯度(体积分数)/ 10^{-2}	$\geq$ 99.999
氢(H ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 0.5
氧(O ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 1.5
氮(N ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 4
甲烷(CH ₄)含量+一氧化碳(CO)含量+二氧化碳(CO ₂)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 1
水分(H ₂ O)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$ 3
注：甲烷(CH ₄)含量、一氧化碳(CO)含量、二氧化碳(CO ₂)含量可单独测量。	

3.3 液态氩可不检测水分含量。

4 试验方法

4.1 抽样、判定和复验

4.1.1 瓶装纯氩产品按表 3 规定的批量随机抽样检验,成批验收。当检验结果有一瓶不符合本标准技术要求时,应重新加倍随机抽样检验,如果仍有一瓶不符合本标准技术要求时,则判该批产品不合格。

4.1.2 瓶装高纯氩产品可以按表 3 规定的批量随机抽样检验,成批验收。当检验结果有一瓶不符合本标准技术要求时,则判该批产品不合格。生产企业应确保每瓶高纯氩产品符合本标准技术要求。

表 3 瓶装纯氩、高纯氩抽样表

每批产品气瓶数	1	2	3~8	9~15	16~25	26~50	51~150	>150
每批纯氩最少抽样气瓶数	1	2	2	3	4	5	6	7
每批高纯氩最少抽样气瓶数	1	2	3	5	7	9	11	13

4.1.3 集装格装、集束瓶装和杜瓦罐装氩产品应逐一检验并验收。当检验结果有任何一项指标不符合本标准技术要求时,则判该批产品不合格。生产企业应确保每一包装高纯氩产品符合本标准技术要求。

4.1.4 对稳定生产的管道输送的气态氩由供需双方确定抽样频次。企业应确保管道输送的气态氩产品符合本标准技术要求。

4.1.5 氩采样安全应符合 GB/T 3723 的相关规定。

4.2 氩纯度

氩纯度按式(1)计算:

$$\phi = 100 - (\phi_1 + \phi_2 + \phi_3 + \phi_4 + \phi_5 + \phi_6 + \phi_7) \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ϕ ——氩纯度(体积分数)/ 10^{-2} ;
- ϕ_1 ——氢含量(体积分数)/ 10^{-6} ;
- ϕ_2 ——氧含量(体积分数)/ 10^{-6} ;
- ϕ_3 ——氮含量(体积分数)/ 10^{-6} ;
- ϕ_4 ——甲烷含量(体积分数)/ 10^{-6} ;
- ϕ_5 ——一氧化碳含量(体积分数)/ 10^{-6} ;
- ϕ_6 ——二氧化碳含量(体积分数)/ 10^{-6} ;
- ϕ_7 ——水分含量(体积分数)/ 10^{-6} 。

4.3 氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳、二氧化碳的测定

4.3.1 氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳、二氧化碳的测定见附录 A。

4.3.2 允许采用 GB/T 8981、HG/T 2686 规定的方法或其他等效的方法测定纯氩、高纯氩中的微量氢。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 8981 规定的方法为仲裁方法。

4.3.3 允许按 GB/T 6285、HG/T 2686 规定的方法或其他等效的方法测定纯氩、高纯氩中的微量氧。当测定结果有异议时,以 GB/T 6285 规定的方法为仲裁方法。

4.3.4 允许采用其他等效的方法测定纯氩、高纯氩中的微量氮。当测定结果有异议时,以离子迁移气相色谱法为仲裁方法。

4.3.5 允许按 GB/T 8984.1 规定的方法或其他等效的方法测定纯氩、高纯氩中的微量甲烷、一氧化碳和二氧化碳,允许按 GB/T 8984.2 规定的方法测定高纯氩中的微量甲烷、一氧化碳和二氧化碳总含量。当以上测定结果有异议时,以 GB/T 8984.1 规定的方法为仲裁方法。

4.4 水分含量的测定

按 GB/T 5832.1 或 GB/T 5832.2 执行。

允许采用其他等效的方法测定氩中水分含量。当测定结果有异议时,以 GB/T 5832.2 规定的方法为仲裁方法。

5 标志、包装、贮运及安全

5.1 氩气瓶应符合 GB 5099 的规定,气瓶颜色标记应符合 GB 7144 的规定。运输时,氩气瓶上应附有 GB 190—1990 中第 3 章指定的标志。

5.2 充装、贮运

5.2.1 瓶装气态氩应符合 GB 14194 以及《气瓶安全监察规程》的相关规定。

5.2.2 液态氩应符合 JB/T 5905、JB/T 6897、JB/T 6898 和《压力容器安全监察规程》的相关规定。

5.2.3 管道输送的气态氩应符合《压力管道安全管理与监察规定》。

5.3 瓶装氩的成品压力在 20℃ 时不低于 13.5 MPa。用于测量的压力表精度不低于 2.5 级。

5.4 返厂氩气钢瓶的余压不应低于 0.2 MPa。余压不符合要求的气瓶,水压试验后的气瓶以及新气瓶等在充装前应按规定要求进行加热、抽空和置换。

5.5 氩气出厂时应附有质量合格证,其内容至少应包括:

- 产品名称,生产厂名称,危险化学品生产许可证编号;
- 生产日期或批号,成品压力,产品技术指标;
- 本标准标准号及产品等级,检验员号。

5.6 安全要求

5.6.1 气态氩的生产、使用以及贮运应符合 GB 16912、《气瓶安全监察规程》、《压力容器安全监察规程》等相关规定。

5.6.2 在氩气氛中,人有被窒息的危险。因此在氩有可能泄漏或氩含量有可能增加的地方应设置通风装置。液态氩属低温液体,操作不当可造成冻伤,应采取防冻措施。

5.6.3 氩的生产企业应为顾客提供安全技术说明书。

6 其他

6.1 液态氩与气态氩换算关系

将液态氩质量换算为 20℃,0.101 3 MPa 状态下气态氩的体积按式(2)计算。

$$V = m/1.662 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——液态氩换算成气态氩的体积,单位为立方米(m^3);

m ——液态氩的质量,单位为千克(kg);

1.662——氩的密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。

6.2 气态氩体积计算

气态氩体积的计算参见附录 B。

附录 A

(规范性附录)

氩中氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳和二氧化碳的测定

A.1 仪器

采用配备离子迁移检测器、氩离子化检测器或氩放电离子化检测器的气相色谱仪测定氩中氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳和二氧化碳。

A.2 原理

A.2.1 离子迁移气相色谱法原理

以纯度(体积分数)不低于 99.999 9% 的氩气作为载气,载气在含有氩源的检测器内会产生一个稳定的基流。当样品气中的双原子分子(如氢、氧、氮等)组分或多原子(如一氧化碳和二氧化碳等)组分进入检测器后,检测器中的自由电子与这些组分的分子进行非弹性碰撞,电子就失去能量,这些分子也变为相应的离子。电子沿阳极方向的迁移速度就增加,离子沿阴极方向的迁移速度也会增加,在检测器的两极之间施加一方波电压,在电压的一个周期内,电子刚好通过检测器。阳极捕集的电子越多,阴极捕集的电子越多,则收集极产生的基流越大。在一定的含量范围内,样品气中的杂质含量和基流的增加量成正比,由此原理测定氩气中的杂质组分。

A.2.2 氩离子化气相色谱法原理

采用气相色谱法,用改性氩离子化检测器。氩气进入检测器之前,加入了定量的微量的有机物,以 Ni^{63} 或氩源为放射源,在较高的场强下,形成约 10^{-7} A 的基流。当载气将样品带入色谱柱,分离为单个组分进入检测器,由于不能被电离的杂质分子的空间阻碍作用,及非弹性碰撞等,而产生“猝灭”效应,使原基流(A)下降。在适当的温度、压力、电场强度下,基流的减小值与组分的含量成正比(在一定范围内)由此可测定氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳、二氧化碳的含量。

A.2.3 氩放电离子化气相色谱法原理

以纯度(体积分数)不低于 99.999 9% 的氩气作为载气,载气在检测室内高频电压作用下产生连续辉光放电,形成一定强度的电流。当样品气中的杂质组分随载气进入检测室内后,所产生的辉光放电强度就会随杂质组分及其含量的不同而发生不同程度地变化。根据此变化大小,通过光电转换,即可测定样品气中的杂质浓度。

A.3 测定条件

A.3.1 载气:仪器工作所需载气及其流速参照相应的仪器说明书。

A.3.2 辅助气:需要采用辅助气的仪器按仪器说明书使用辅助气。

A.3.3 色谱柱:色谱柱 I:长约 2 m、内径 3 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.25 mm~0.40 mm 的分子筛;或其他等效色谱柱。色谱柱 I 用于分析氩中氢、氧、氮、甲烷和一氧化碳组分。

色谱柱 II:长约 0.5 m、内径 3 mm 的不锈钢管,内装粒径为 0.25 mm~0.40 mm 的色谱硅胶;或其他等效色谱柱。色谱柱 II 用于分析氩中二氧化碳组分。

A.3.4 气体标准样品

分析氩时,所采用的有证气体标准样品中的杂质含量应当与被测样品中的相应杂质组分相接近。气体标准样品的平衡气为气态氩。

A.3.5 其他条件:载气净化器温度、色谱柱温度、检测器温度、样气流量等其他条件参考仪器说明书。

A.4 分析步骤

开启仪器至稳定后按仪器说明书的操作步骤完成样品分析。

平行测定气体标准样品和样品气至少两次,记录色谱响应值,直至相邻两次测定的相对偏差不大于 10×10^{-2} ,取其平均值。

A.5 结果处理

采用峰面积(或峰高)定量,用外标法计算结果。

氢、氧、氮、甲烷、一氧化碳和二氧化碳含量的计算采用外标法,按式(A.1)计算:

$$\phi_i = \frac{A_i(h_i)}{A_s(h_s)} \times \phi_s \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ϕ_i ——样品气中被测组分的含量(体积分数);

$A_i(h_i)$ ——样品气中被测组分的峰面积或峰高,单位为平方毫米(mm^2)或毫米(mm);

$A_s(h_s)$ ——气体标准样品中相应已知组分的峰面积或峰高,单位为平方毫米(mm^2)或毫米(mm);

ϕ_s ——气体标准样品中相应已知组分的含量(体积分数)。

附录 B
(规范性附录)
氩气体积的计算

B.1 气瓶中气态氩体积按式(B.1)计算:

$$V = KV_1 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

V ——气瓶中气态氩的体积,单位为立方米(m^3);

V_1 ——气瓶的水容积,单位为升(L);

K ——换算为在 20℃、0.101 3 MPa 状态下气态氩的体积换算系数(见表 B.1)。

表 B.1 在不同压力、温度下的换算系数表

温度/ ℃	气瓶内压力/MPa								
	8.8	11.8	13.7	14.2	14.7	15.2	15.7	16.2	20
—40	0.145	0.178	0.211	0.219	0.227	0.236	0.243	0.251	—
—35	0.140	0.171	0.203	0.211	0.218	0.226	0.234	0.241	—
—30	0.135	0.165	0.195	0.203	0.210	0.217	0.224	0.232	—
—25	0.131	0.159	0.188	0.195	0.202	0.209	0.216	0.223	—
—20	0.127	0.154	0.181	0.188	0.195	0.202	0.209	0.215	—
—15	0.123	0.149	0.175	0.183	0.189	0.195	0.202	0.208	—
—10	0.120	0.145	0.170	0.177	0.184	0.189	0.195	0.202	—
—5	0.116	0.141	0.165	0.171	0.178	0.184	0.190	0.196	—
0	0.113	0.137	0.161	0.167	0.173	0.178	0.184	0.190	—
5	0.110	0.134	0.157	0.162	0.168	0.174	0.179	0.185	0.914
10	0.108	0.132	0.153	0.158	0.164	0.169	0.175	0.180	0.924
15	0.105	0.128	0.149	0.154	0.159	0.165	0.170	0.175	0.932
20	0.103	0.124	0.145	0.150	0.155	0.161	0.166	0.171	0.940
25	0.101	0.121	0.142	0.147	0.152	0.157	0.162	0.167	0.947
30	0.099	0.119	0.139	0.144	0.149	0.154	0.158	0.163	0.944
35	0.097	0.116	0.136	0.140	0.145	0.150	0.155	0.160	—
40	0.095	0.114	0.133	0.137	0.142	0.147	0.152	0.156	—