



中华人民共和国国家标准

GB/T 14599—2008

代替 GB/T 14599—1993, GB/T 14605—1993

纯氧、高纯氧和超纯氧

Pure oxygen and high purity oxygen and ultra pure oxygen

2008-05-15 发布

2008-11-01 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 14599—1993《高纯氧》和 GB/T 14605—1993《氧气中微量氩、氮和氦的测定气相色谱法》。

本标准与 GB/T 14599—1993 和 GB/T 14605—1993 比较,主要变化如下:

- 修改了适用范围,包括了纯氧、高纯氧和超纯氧(GB/T 14599—1993 的第 1 章;本版的第 1 章);
- 将 GB/T 14605—1993 修改后合并到本标准的 4.3;
- 修改了技术要求(GB/T 14599—1993 的第 3 章;本版的第 3 章);
- 修改了检验方法(GB/T 14599—1993 的第 4 章;本版的第 4 章);

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:西南化工研究设计院。

本标准主要起草人:何道善、陈雅丽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14599—1993;
- GB/T 14605—1993。

纯氧、高纯氧和超纯氧

1 范围

本标准规定了纯氧、高纯氧和超纯氧的技术要求、检验方法、检验规则以及包装、标志、运输、贮存等。

本标准适用于空气分离制取的和水电解制取的高纯度气态和液态氧,主要用于标准混合气的制备、科学研究、集成电路和半导体器件的生产以及其他对氧气纯度要求较高的领域。

分子式: O_2

相对分子质量: 31.999 8 (按 2005 年国际相对原子质量计算)

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/T 3863 工业氧

GB 5832.2 气体中微量水分的测定 露点法

GB 8984 气体中一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物的测定 气相色谱法

3 技术要求

纯氧、高纯氧、超纯氧应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标		
		纯氧	高纯氧	超纯氧
氧(O_2)纯度(体积分数)/ 10^{-1}	$\geq$	99.995	99.999	99.999 9
氢(H_2)含量(体积分数)/ 10^{-4}	$\leq$	1	0.5	0.1
氩(Ar)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$	10	2	0.2
氮(N_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$	20	5	0.1
二氧化碳(CO_2)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$	1	0.5	0.1
总烃含量(体积分数)(以甲烷计)/ 10^{-6}	$\leq$	2	0.5	0.1
水分(H_2O)含量(体积分数)/ 10^{-6}	$\leq$	3	2	0.5

4 检验方法

4.1 检验规则

4.1.1 纯氧、高纯氧和超纯氧由生产厂的质量检验部门负责检验。生产厂应保证所有出厂的产品符合本标准要求。

4.1.2 瓶装纯氧、高纯氧按表 2 规定随机抽样检查。当检查结果有任何一项指标不符合本标准规定时,则自同批产品中重新加倍抽样检查。若仍有任何一项指标不符合本标准规定时,则该批产品不合格。

表 2 抽样检查表

产品批量/瓶	1~2	3~8	9~15	16~25	26~50	≥51
抽样数量/瓶	1	2	3	4	5	6

4.1.3 超纯氧、液态氧逐一进行检验。当检验结果有任何一项指标不符合本标准要求时,则该产品不合格。

4.1.4 管道输送氧,在 8 h 内至少采样检查 2 次。当检验结果有任何一项指标不符合本标准要求时,则该检查周期内的产品不合格。

4.1.5 用户有权按照本标准规定验收。当双方对产品质量发生分歧时,由双方共同检验或提请仲裁。

4.2 氧气纯度

氧气的纯度按式(1)计算:

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

式中:

ϕ ——氧纯度(体积分数), 10^{-2} ;

ϕ_1 ——氩含量(体积分数), 10^{-6} ;

ϕ_2 ——氮含量(体积分数), 10^{-6} ;

ϕ_3 ——二氧化碳含量(体积分数), 10^{-6} ;

ϕ_4 ——总烃含量(体积分数), 10^{-6} ;

ϕ_5 ——水分含量(体积分数), 10^{-6} 。

4.3 氩、氮含量的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法测定氧气中微量氩和氮。进样后,首先经脱氧剂将氧脱除,而后再经色谱柱使氩、氮组分分离。检测器输出的响应大小在一定范围内与组分含量成正比。将待测组分的响应值与标准样品中相同组分的响应值相比较而定量。

4.3.2 测定条件

仪器:采用带有氦离子化检测器(HID)或放电检测器(DID)的气相色谱仪,检测限: 0.05×10^{-6} (体积分数)。

色谱柱:长约 2 m,内径约 4 mm 不锈钢柱。内装 $250 \mu\text{m} \sim 400 \mu\text{m}$ 的 5 Å(或 13X)分子筛。该柱对氩、氮的分离度应大于 1。允许采用其他等效色谱柱。

脱氧柱:长约 2 m,内径约 4 mm 玻璃柱或不锈钢柱,内装 $400 \mu\text{m} \sim 800 \mu\text{m}$ 的 401 脱氧剂。允许采用其他等效脱氧柱。

载气:高纯氮,经纯化器纯化。载气中氩、氮含量应低于 0.05×10^{-6} 。载气流量按仪器说明书和组分的分离情况选定。

仪器的操作参数:按仪器使用说明书和检测限要求选定。

4.3.3 标准样品

氧中 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$ 的氩和氮。

4.3.4 测定步骤

采样:瓶装气体的采样应使用针形阀,在用样品气以至少 3 次升、降压的方法充分置换后,经金属连接管直接送入色谱仪。液化气体汽化后经金属连接管直接送入色谱仪。管道输送气体的采样点由供需双方商定,应使用金属连接管将样品从采样点直接送入色谱仪。

标定:将标准样品与仪器连接。在取样管路系统经充分置换并取得代表样后,切换取样阀向色谱仪进样。重复进样至少两次,记录并测定各组分的保留时间及色谱峰面积(或峰高)。当两次重复测定的色谱峰面积(或峰高)的相对平均偏差不超过 5%时,取其平均值 A_s (或 h_s)。

测定:将样品送入仪器,在取样管路系统经充分置换并取得代表样后,切换取样阀向色谱仪进样。重复进样至少两次,记录并测定各组分的保留时间和色谱峰面积(或峰高)。当两次重复测定的色谱峰面积(或峰高)的相对平均偏差不超过5%时,取其平均值 A_i (或 h_i)。

4.3.5 结果计算

样品气体中氩、氮含量按式(2)计算:

$$\varphi_i = \frac{\varphi_s}{A_s} \cdot A_i \text{ (或 } \varphi_i = \frac{\varphi_s}{h_s} \cdot h_i) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

φ_s ——标准样品中氩、氮的含量(体积分数), 10^{-6} ;

φ_i ——样品气中氩、氮或氮的含量(体积分数), 10^{-6} ;

A_s (或 h_s)——标准样品中氩、氮或氮的色谱峰面积,单位为平方毫米(mm^2) [或峰高,单位为毫米(mm)];

A_i (或 h_i)——样品气中氩、氮或氮的色谱峰面积,单位为平方毫米(mm^2) [或峰高,单位为毫米(mm)]。

4.4 二氧化碳含量的测定

采用带有切割流程、甲烷转化器和氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定氧中的二氧化碳含量。检测限: 0.05×10^{-6} (体积分数)。

原则及一般要求按 GB/T 8984 规定。色谱柱:2 m 硅胶柱。进样后首先将氧的干扰信号切出。

标准样品:氧中 $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-6}$ (体积分数)的二氧化碳。

4.5 总烃含量的测定

按 GB/T 8984 的规定进行。

4.6 水分含量的测定

按 GB 5832.2 的规定进行。

5 包装、标志、运输和贮存

按 GB/T 3863 规定执行。