中华人民共和国国家标准

GB/T 10624—1995

高 纯 氩

代替 GB 10624—89
GB 10625—89

High purity argon

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯氩的技术要求、检验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以深冷法从空气、合成氨尾气中提取的气瓶包装的高纯气态氩。

高纯氩主要用作半导体工业，稀有金属、有色金属的冶炼，焊接中的保护气，特种灯泡的充填气，气相色谱分析用载气及配制标准气的底气等。

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 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

3 技术要求

高纯氩的质量应符合下表的要求

项 目		指 标		
		优等品	一级品	合格品
氩纯度，10^{-2}	≥	99.999 6	99.999 3	99.999
氮含量，10^{-6}	≤	2	4	5
氧含量，10^{-6}	≤	1	1	2
氢含量，10^{-6}	≤	0.5	1	1
总碳含量(以甲烷计)，10^{-6}	≤	0.5	1	2
水分，10^{-6}	≤	1	2.6	4

注：① 表中纯度和含量为体积分数。

② 表中氩纯度未扣除水分含量。

国家技术监督局 1995-12-20 批准　　1996-08-01 实施

4 检验方法

4.1 纯度

氩的纯度按下式计算：

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

式中：φ——氩的纯度(体积分数)，10^{-2}；

φ_1——氮的含量(体积分数)，10^{-6}；

φ_2——氧的含量(体积分数)，10^{-6}；

φ_3——氢的含量(体积分数)，10^{-6}；

φ_4——总碳含量(体积分数)，10^{-6}。

4.2 氮含量的测定

4.2.1 方法和原理

采用气相色谱法、电子迁移检测。

单原子的氩载气将样品气带入色谱柱内进行分离，分离后从柱内流出的双原子(如 N_2)或多原子(如 CH_4)分子组分进入设置有氚源的电子迁移检测器时，检测器中的自由电子与这些组分的分子进行非弹性碰撞，电子就失去了能量，电子沿阳极方向上的迁移速度就增大，捕集的电子就多，电流就增加。在选定适宜的温度、压力、电场强度下，电流的增加与组分含量(在一定范围内)成正比，由此测定氮组分的含量。

4.2.2 分析仪器

采用电子迁移气相色谱仪，要求对氮的检测限应小于 0.5×10^{-6}。含氮量在 10×10^{-6}以下呈线性响应。以氩气为载气，净化后含氮量应小于 0.2×10^{-6}。电子迁移气相色谱仪示意流程如图 1 所示。

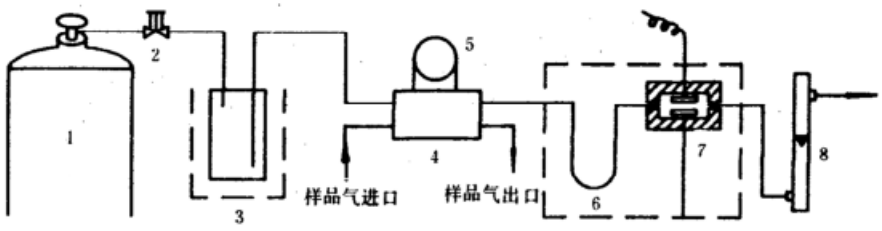


图 1 气相色谱仪示意流程图

1—载气气瓶；2—针形阀；3—纯化器；4—六通阀；
5—量管；6—色谱柱；7—检测器；8—流量计

4.2.3 分析前的准备工作

4.2.3.1 色谱柱的准备

将色谱分析用的 250～600 μm13X 分子筛装入内径 4 mm，长 120 cm 不锈钢管内，于 300℃通氩气活化 3 h。

4.2.3.2 纯化器的准备

将约 150 g 250～400 μm 的锆铝-16 合金装入不锈钢纯化器中，于 750℃活化 2.5 h。

锆铝-16 合金可以多次活化，反复使用，直至失效。

纯化器活化周期：仪器常开，一季度活化一次。仪器不常开，半年至一年活化一次。

4.2.3.3 仪器试漏

色谱系统中的阀门和所有接头处应无泄漏，否则由于空气中的氮组分渗入而使测量结果不准，所以

必须对系统进行严格的试漏。其方法如下：

先将整个色谱系统用氩气升压至 0.15 MPa，保压 4 h，如压力表示值不变，则阀门和接头气密性良好；若压力表示值随保压时间延长而逐渐减少，则阀门和接头有微小渗漏。需拧紧阀门固定螺丝及各气路接头，重新保压试验至示值不变为止。

4.2.3.4 取样设备

a. 取样阀：用死体积小的针形阀。

b. 取样管：一般采用长 1.5 m 左右，内径小于 2 mm 的不锈钢管或铜管，洗净吹干。

4.2.4 测定

4.2.4.1 仪器启动

按仪器说明书启动仪器，按分析要求选定操作条件。

4.2.4.2 样品分析

待仪器基线稳定后，分别将待测样品气和标准气[配制以氩气为底气的气瓶装氮标准气，含氮量(3×10^{-6}～5×10^{-6})]用针形阀及金属管道连接到仪器的"样品"入口处，采用三次升、降压法置换吹洗瓶阀、针形阀及其管道，用针形阀按说明书调节流量，然后切换六通阀进样，测出样品气和标准气氮峰峰高，重复进行二次，单个值与平均值的相对偏差不得大于 10%，取其平均值进行计算。

4.2.5 计算方法

$$\varphi_1 = \frac{\varphi_2}{h_2} \cdot h_1$$

式中：φ_1——样品气中氮组分含量(体积分数)，10^{-6}；

φ_2——标准气中氮组分含量(体积分数)，10^{-6}；

h_1——样品气中氮峰峰高，mm；

h_2——标准气中氮峰峰高，mm。

4.2.6 注意事项

4.2.6.1 由于本方法要求仪器气密性高，故系统中所有卡套接头都要拧紧。所有连接管道口应无毛刺，与卡套接触部位应光滑无划痕，以防漏气；若色谱系统检修后，必须经过严格试漏。

4.2.6.2 检测器温度不得超过 100℃，不能对检测器抽真空，以防止氚从底层上脱附，影响检测器性能及污染环境。

4.2.6.3 载气放空一定要排出室外。

4.2.6.4 必须保证驱动气压力，六通阀方可正常工作。停机时应放掉驱动气压力，以免损伤膜片。

4.2.7 允许采用符合本标准要求的其它分析仪器测定。

4.3 氧含量的测定

按 GB/T 6285 执行。

4.4 氢含量的测定

按 GB/T 8981 执行。

4.5 总碳含量的测定。

按 GB/T 8985 执行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 5832.1 执行或按 GB/T 5832.2 执行。

5 检验规则

5.1 高纯氩由生产厂的质量检验部门检验，并保证其产品质量符合本标准的要求。

5.2 高纯氩质量按逐瓶逐项指标检验。

5.3 当检验结果有一项指标不符合本标准要求时，则该瓶产品不合格。

5.4 用户亦按照本标准规定验收。

5.5 用户和生产厂对产品质量发生意见分歧时，由双方共同检验或提请仲裁。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 高纯氩气瓶的标志、包装、运输、贮存应符合国家《气瓶安全监察规程》和《危险货物运输规则》的规定。

6.2 高纯氩气瓶包装标志应符合 GB 190 规定，颜色标记应符合 GB 7144 的规定。

6.3 高纯氩气瓶最高允许压力应符合 GB 5099 的规定。

6.4 压力检验：在 20℃时，气瓶中高纯氩的压力为 15.0±0.5 MPa，测量用的压力表精度不低于 2.5 级。

6.5 瓶装高纯氩的体积按 GB/T 4842.2 附录 A(补充件)计算。

6.6 高纯氩气瓶瓶阀与瓶颈螺纹联接处，瓶阀的出口及瓶阀阀杆间隙处，不得泄漏。

6.7 用户将空瓶返回生产厂时，要求瓶内余压不低于 0.2 MPa。

6.8 充装有高纯氩的气瓶，必须戴好安全帽。

6.9 高纯氩出厂时，应附有质量合格证，其内容包括：

a. 生产厂名称；

b. 产品名称和级别；

c. 生产日期；

d. 高纯氩气体的体积；

e. 本标准号。

附 录 A
气瓶中高纯氩气体积的计算
（补充件）

气瓶中高纯氩气体的体积按式(A1)计算：

$$V = KV_1 \quad \cdots\cdots (A1)$$

式中：V——气瓶中高纯氩气体的体积，m^3；

V_1——气瓶的水容积，L；

K——换算为在20℃、0.101 3 MPa状态下高纯氩气体的体积换算系数(见表A1)。

表A1 在不同压力、温度下的换算系数表

换算系数 气瓶内压力 MPa / 温度，℃	8.8	11.8	13.7	14.2	14.7	15.2	15.7	16.2
−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
10	0.108	0.132	0.153	0.158	0.164	0.169	0.175	0.180
15	0.105	0.128	0.149	0.154	0.159	0.165	0.170	0.175
20	0.103	0.124	0.145	0.150	0.155	0.161	0.166	0.171
25	0.101	0.121	0.142	0.147	0.152	0.157	0.162	0.167
30	0.099	0.119	0.139	0.144	0.149	0.154	0.158	0.163
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

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部西南化工研究院技术归口。

本标准由西南化工研究院、上海比欧西气体工业有限公司负责起草。

本标准主要起草人颜伯举、李宗极。