ГОСТ 28995—91
(ИСО 7104—85)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ БЕЗВОДНЫЙ

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

Издание официальное

БЗ 3—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.518.001.4:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ БЕЗВОДНЫЙ

Газохроматографический метод определения массовой доли воды

ГОСТ 28995—91

Lequefied anhydrous ammonia for industrial use. Determination of water content. Gas chromatographic method

(ИСО 7104—85)

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения массовой доли воды в жидком техническом аммиаке с массовой долей от 0,0005 % до 0,3 %.

Метод основан на превращении содержащейся в аммиаке воды в ацетилен путем реакции с карбидом кальция и определении количества образовавшегося ацетилена методом газовой хроматографии.

1. ОТБОР ПРОБ

Пробы жидкого аммиака следует отбирать в специальный баллончик из нержавеющей стали по ГОСТ 6221.

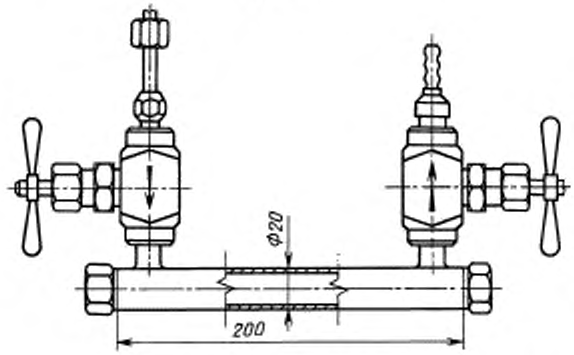
2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Узел отбора проб по ГОСТ 6221.

Баллончик специальный из нержавеющей стали по ГОСТ 6221.

Реактор из нержавеющей стали (см. чертеж).

Реактор



Хроматограф лабораторный универсальный ЛХМ-80, модель 2 или любой другой хроматограф, укомплектованный:

- детектором ионизации в пламени второй категории с пределом обнаружения объемной доли ацетилена, не превышающим $1 \cdot 10^{-3}$ %, при использовании азота в качестве газа-носителя;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

- термостатом колонок с автоматическим регулятором температуры, обеспечивающим установку температуры не ниже 50 °С с погрешностью, не превышающей 5 °С; режим работы изометрический; время выхода на режим не превышает 2 ч;

- электронным автоматическим потенциометром типа КСП-4 класса 0,5, диапазон измерения от 0,1 до 0,9 мВ;

- бессмазочным газовым краном поворотного типа с калиброванными сменными дозами вместимостью 2 и 5 $см^3$;

- блоком подготовки газов для очистки, регулирования и стабилизации двух потоков газа-носителя с помощью регуляторов давления и регуляторов расхода, обеспечивающим возможность установки расходов не менее 6 $дм^3/ч$ в каждой линии при входном давлении не ниже 2026 ГПа (2 $кгс/см^2$);

- колонкой разделительной стальной длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Интегратор любой марки.

Линейка 300 по ГОСТ 427.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Секундомер СОППр-3б-1—000 по НТД или аналогичного типа.

Набор сит «Физприбор» по ГОСТ 6613 или сита аналогичного типа.

Шкаф сушильный типа 2Б-151 или другого типа с регулируемой температурой от 40 °С до 200 °С.

Камера для газообразного аммиака из полиэтилена вместимостью от 30 до 50 $дм^3$.

Стеклоткань по ГОСТ 10727.

Баня водяная.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147.

Ступка 3 по ГОСТ 9147.

Пестик 3 по ГОСТ 9147.

Насос вакуумный по ГОСТ 25663.

Градуировочная бинарная газовая смесь ацетилена в инертном газе с объемной долей ацетилена 0,01 %—0,05 % и погрешностью ±10 % или приготовленная в соответствии с п. 3.4 с погрешностью ±10 %.

Ацетилен газообразный и сжиженный по ГОСТ 5457.

Карбид кальция по ГОСТ 1460.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород по ГОСТ 3022.

Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМ или АСМ (размер частиц от 0,15 до 0,18 мм).

Стационарная фаза — ди-(2-этилгексил) себацинат.

Диэтиловый эфир по НТД.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка разделительной колонки

2 г ди-(2-этилгексил) себацината растворяют в 10—15 $см^3$ диэтилового эфира и добавляют 100 г силикагеля. Тщательно перемешивают в вытяжном шкафу с хорошей вентиляцией до тех пор, пока диэтиловый эфир не испарится полностью. Остатки диэтилового эфира удаляют нагреванием в течение нескольких часов в сушильном шкафу при температуре 60 °С.

Приготовленной насадкой заполняют разделительную колонку. Колонка должна давать хорошие разделенные пики ацетилена и примесей (например метана), которые могут присутствовать в жидком аммиаке.

3.2. Подготовка карбида кальция

Карбид кальция измельчают в фарфоровой ступке до частиц размером от 0,25 до 4 мм. Измельчение проводят в сухой атмосфере, для чего над ступкой следует непрерывно пропускать с небольшой скоростью поток сухого азота. Для осушки пропускают через две U-образные трубки, заполненные смесью оксида фосфора (V) и пемзы. Измельченный карбид кальция просеивают и отбирают фракцию 0,25—1,0 мм.

Карбид кальция хранят в герметично закрытом сосуде и перед использованием продувают сухим азотом для удаления ацетилена. Отсутствие ацетилена проверяют с помощью хроматографического анализа.

3.3. Подготовка реактора

Реактор для карбида кальция (см. чертеж) представляет собой цилиндр из нержавеющей стали с двумя вентилями на концах; рассчитан на давление 2 МПа.

Заполняют реактор карбидом кальция и продувают потоком сухого азота.

При обеспечении минимального контакта с атмосферным воздухом при заполнении реактора карбидом кальция время продувки не превышает 2 ч.

В процессе продувки проверяют азот, проходящий через реактор, на содержание ацетилена. Анализ аммиака следует проводить только при отсутствии ацетилена в азоте, выходящем из реактора.

Если аммиак содержит от 0,2 % до 0,3 % масс. воды, то карбид кальция следует заменять после анализа трех проб.

Примечание. Не следует мыть реактор водой.

3.4. Приготовление градуировочных смесей ацетилена

Бинарные градуировочные смеси ацетилена в инертном газе с объемной долей ацетилена от 0,005 % до 0,1 % готовят объемно-манометрическим методом в металлических баллонах вместимостью 1—5 $дм^3$, рассчитанных на рабочее давление 100—150 атм.

Тщательно обезжиренный, освобожденный от механических примесей, сухой баллон из нержавеющей стали откачивают до остаточного давления $4 \cdot 10^2$—$7 \cdot 10^2$ Па (3—5 мм рт. ст.), заполняют инертным газом и повторно вакуумируют.

В соответствии с необходимой концентрацией, вместимостью баллона и принимаемым давлением в баллоне предварительно рассчитывают количество ацетилена, которое должно быть введено в баллон.

Ацетилен вводят в баллон с помощью шприца через штуцер, снабженный пробкой из самоуплотняющейся резины. После введения в баллон ацетилена баллон присоединяют к баллону с инертным газом и с использованием образцового манометра на 160 атм доводят давление в нем до расчетного.

Приготовленную градуировочную смесь выдерживают для перемешивания от 2 до 5 дней.

3.5. Подготовка хроматографа

Включают хроматограф в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией и устанавливают рабочий режим:

- температура термостата колонок — 50 °С;
- расход газа-носителя азота — 3 $дм^3/ч$;
- расходы водорода и воздуха, обеспечивающие максимальный отклик пламенно-ионизационного детектора, подбирают экспериментально;
- скорость диаграммной ленты — 240 мм/ч, объем дозы — от 1 до 5 $см^3$ (в зависимости от концентрации воды в аммиаке).

3.6. Градуирование хроматографа

Градуирование проводят методом внешнего стандарта. Для градуирования используют градуировочную газовую смесь ацетилена. Градуировочной смесью продувают кран-дозатор и дозу в течение 10—20 с, после чего поворотом крана дозатора вводят градуировочную газовую смесь в колонку хроматографа.

Записывают хроматограмму градуировочной смеси и измеряют площадь пика ацетилена.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Отбор пробы аммиака в реактор и проведение реакции

Соединяют подготовленный реактор с пробоотборником аммиака. Пробоотборник устанавливают таким образом, чтобы из него можно было отбирать только жидкий аммиак.

Открывают по очереди вентиль пробоотборника, входной вентиль реактора, а затем выходной вентиль. Пропускают жидкий аммиак в течение примерно 2 мин, а затем закрывают вентили в обратном порядке.

Выдерживают реактор в течение от 20 до 30 мин (в зависимости от концентрации воды — для большей концентрации время выдержки меньше). Соединяют выходной вентиль реактора с полиэтиленовой камерой, предварительно продутой азотом по п. 3.2 и вакуумированной с помощью вакуумного насоса до давления около 100 Па. Открывают выходной вентиль реактора. При этом аммиак испаряется и заполняет полиэтиленовую камеру. Затем нагревают реактор в бане с кипящей водой в течение 15 мин.

Выдерживают полиэтиленовую камеру от 15 до 30 мин, периодически встряхивая.

Примечание. По соображениям техники безопасности температура реактора с жидким аммиаком при проведении реакции не должна превышать температуру реактора во время отбора пробы жидкого аммиака.

В хроматограф краном-дозатором вводят газовую смесь. Как правило, хроматограмма состоит из двух пиков: первый соответствует метану, растворенному в аммиаке, второй соответствует ацетилену, образовавшемуся в результате реакции содержащейся в аммиаке воды с карбидом кальция. После этого записывают хроматограмму такого же объема градуировочной смеси.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Измеряют площади пиков ацетилена, соответствующего влаге в жидком аммиаке, и ацетилена, содержащегося в градуировочной смеси.

Поскольку 1 моль ацетилена соответствует 1 молю воды, массовую долю воды в жидком аммиаке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S \cdot C}{S_0} \cdot 1{,}052,$$

где S — площадь пика ацетилена, полученного для жидкого аммиака;

S_0 — площадь пика ацетилена, полученного для градуировочной смеси;

C — объемная доля ацетилена в градуировочной смеси в процентах;

1,052 — фактор пересчета объемных долей в массовые.

За результат измерения принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Карбид кальция бурно реагирует с водой с выделением ацетилена. Выделяющийся ацетилен является легковоспламеняющимся веществом и при нагревании может взрываться. Карбид кальция должен храниться в условиях, исключающих попадание влаги. Все операции с ним и жидким аммиаком нужно проводить только внутри хорошо вентилируемого вытяжного шкафа.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Государственной агрохимической ассоциацией «Агрохим»

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.04.91 № 611

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 7104—85 «Жидкий безводный аммиак для промышленного использования. Определение содержания воды. Газохроматографический метод» и полностью ему соответствует

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 427—75	2
ГОСТ 1460—81	2
ГОСТ 3022—80	2
ГОСТ 3956—76	2
ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 6221—90	1; 2
ГОСТ 6613—86	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 9293—74	2
ГОСТ 10727—91	2
ГОСТ 25663—83	2
ГОСТ 25706—83	2

4. **ПЕРЕИЗДАНИЕ.** Август 2004 г.

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.08.2004. Подписано в печать 28.09.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 74 экз. С 3998. Зак. 840.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru