МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЕЛИЙ ГАЗООБРАЗНЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ПРИМЕСЕЙ ЭМИССИОННЫМ СПЕКТРАЛЬНЫМ АНАЛИЗОМ

Издание официальное

БЗ 12—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.939.1:620.168.4:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЕЛИЙ ГАЗООБРАЗНЫЙ

Метод определения объемной доли примесей эмиссионным спектральным анализом

ГОСТ 20461—75

Gaseous helium. Method for determination of impurities volume fraction by emission spectral analysis

ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.76

Настоящий стандарт распространяется на газообразный гелий и устанавливает метод определения объемной доли примесей эмиссионным спектральным анализом с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Метод основан на измерении интенсивности аналитических линий примесей в возбужденном спектре гелия с последующим определением объемной доли примесей по градуировочным графикам, построенным с применением поверочных газовых смесей — стандартных образцов состава.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения содержания примесей применяют установку спектрального анализа, в которую входят:

спектрограф призменный типа ИСП-51 или прибор другого типа с соответствующей дисперсией и светосилой в видимой области;

приставка фотоэлектрическая типа ФЭП-1 с регистрирующим устройством типа ЭПС-157;

генератор высокочастотный типа ВГ-5 или ВГ-3 со стабилизатором;

монохроматор типа УМ-2;

система вакуумная, включающая разрядную трубку из молибденового стекла диаметром 2—3 мм с внешними электродами, ловушку в виде змеевика из стеклянной трубки, манометр ртутный U-образный, кран стеклянный вакуумный трехходовой или запорное устройство другого типа, насос форвакуумный типа ВН-461М;

система для отбора пробы, включающая вентиль игольчатый с сильфонным уплотнением, капилляр диаметром до 2 мм, манометр по ГОСТ 2405, класса точности не ниже 1,5 с пределом измерения 0—25 МПа (0—250 кгс/см^2), вентили типа КВБ-53;

поверочные газовые смеси, стандартные образцы состава по нормативной документации — для градуировки установки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

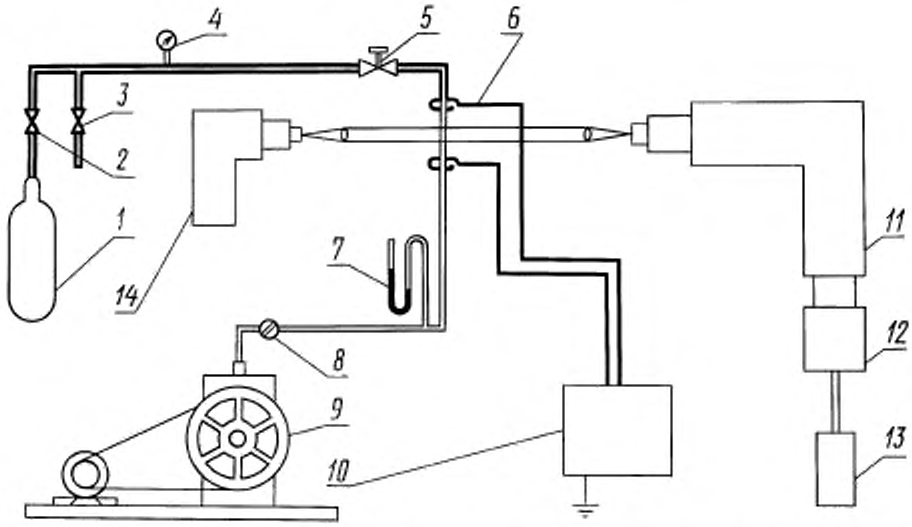
2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Наладку и юстировку аппаратуры установки производят по инструкции предприятия-изготовителя. Схема установки приведена на черт. 1.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Схема установки спектрального анализа



1 — баллон с анализируемым гелием или градуировочной (поверочной) газовой смесью; *2* — вентиль для отбора пробы из баллона или пробоотборной линии регазифицированного жидкого гелия; *3* — вентиль для отбора пробы из общего коллектора наполнительной рампы; *4* — манометр образцовый; *5* — вентиль игольчатый; *6* — трубка разрядная; *7* — манометр ртутный; *8* — кран стеклянный вакуумный трехходовой; *9* — насос форвакуумный; *10* — генератор высокочастотный; *11* — спектрограф призменный; *12* — приставка фотоэлектрическая, *13* — устройство регистрирующее; *14* — монохроматор

Черт. 1

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.2. Для выбора оптимальных параметров работы установки проводят работы по пунктам, указанным ниже.

2.2.1. Включают вакуумный насос. Медленно открывая трехходовой вакуумный стеклянный кран, соединяют разрядную трубку с форвакуумным насосом и проводят откачку всей вакуумной системы.

Для проверки системы на герметичность закрывают трехходовой кран *3* и контролируют изменение давления в системе U-образным ртутным манометром *7*.

Система считается герметичной, если остаточное давление в ней, равное 66,6 Па (0,5 мм рт. ст.), не изменится в течение 30 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2.2. Включают высокочастотный генератор и фотоэлектрическую приставку.

2.2.3. Подключают баллон с гелием, открывают вентиль для отбора пробы из баллона. Давление в пробоотборной системе контролируется манометром. Предусмотрен также отбор пробы гелия из общего коллектора наполнительной рампы через вентиль *3*.

(Измененная редакция,Изм. № 3).

2.2.4. Игольчатым вентилем устанавливают в разрядной трубке рабочее давление 2—2,66 кПа (15—20 мм рт. ст.), измеряемое U-образным ртутным манометром.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.5. Устанавливают следующие параметры:

ширина входной щели спектрографа, мм	0,01—0,05
ширина выходной щели спектрографа, мм	0,05—0,10
напряжение на фотоумножителе фотоэлектрической приставки, В	600—1000
коэффициент усиления регистрирующего устройства	2—8
сила тока на генераторе, мА	100—300

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.6. Спектральную линию гелия длиной волны 438,79 нм или 443,75 нм выводят на фотоумножитель.

Регулировкой тумблеров «напряжение», «сила тока» и «усиление» устанавливают стрелку регистрирующего устройства в положение средней трети шкалы, фиксируют ее значение и соответствующие значения напряжения, силы тока и коэффициента усиления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.7. В процессе работы необходимо соблюдать постоянство оптимальных значений параметров.

Интенсивности спектральных линий гелия 438,79 или 443,75 нм должны соответствовать выбранным значениям.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо иметь на каждую анализируемую примесь не менее трех градуировочных газовых смесей стандартных образцов состава.

К установке спектрального анализа подключают последовательно баллоны с градуировочными газовыми смесями, возбуждают их спектры и измеряют интенсивности аналитических линий примесей.

На основании полученных данных для каждой примеси строят градуировочный график. На ось ординат наносят значение электрического сигнала, пропорциональное интенсивности аналитической линии примеси в милливольтах, а на ось абсцисс — объемную долю примеси в процентах.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

2.4. При градуировке спектральной установки и анализе примесей в гелии используют аналитические линии, приведенные в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Диапазон измерения (объемная доля), %	Аналитическая линия, нм
Азот	От $1 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-2}$ Св. $2 \cdot 10^{-2}$ » $1 \cdot 10^{-1}$	N_2+427,8 N_2+449,0
Аргон	От $1 \cdot 10^{-4}$ » $5 \cdot 10^{-3}$	ArII 480,6
Водород	» $1 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$ Св. $5 \cdot 10^{-3}$ » $6 \cdot 10^{-1}$	H_β 486,1 H_α 656,2 или H_γ 434,0
Кислород	От $5 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$	O I 436,8
Неон	» $1 \cdot 10^{-4}$ » $1 \cdot 10^{-2}$	Ne I 640,2
$CO+CO_2$	» $5 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$	C_2 516,5
Углеводороды	» $1 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$	CH 431,5

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Пробу газообразного гелия отбирают из баллона, контейнера (реципиента) со сжатым гелием, общего коллектора наполнительной рампы или из пробоотборной линии регазифицированного жидкого гелия непосредственно в пробоотборную систему установки спектрального анализа. Для этого открывают соответствующие вентили и, регулируя игольчатым вентилем, напускают в разрядную трубку гелий давлением 13,3 кПа (100 мм рт. ст.) для промывки пробоотборной системы от остаточного газа. При этом пробу гелия непрерывно откачивают через разрядную трубку с помощью вакуумного насоса.

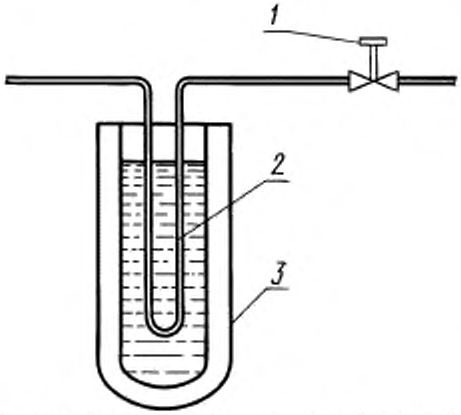
(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. После промывки игольчатым вентилем устанавливают в разрядной трубке рабочее давление 2—2,66 кПа (15—20 мм рт. ст.).

Под воздействием электромагнитного поля, создаваемого высокочастотным генератором, в разрядной трубке возбуждается свечение гелия. Полученный световой поток разлагается в призменной части спектрографа на спектр. Визуальное наблюдение спектра ведут монохроматором.

3.3. Аналитические линии анализируемых примесей последовательно выводят на фотоумно-

Схема предварительного вымораживания водяных паров



1 — вентиль игольчатый; *2* — капилляр пробоотборный; *3* — сосуд Дьюара стеклянный

Черт. 2

житель фотоэлектрической приставки, преобразующий световую энергию в электрический сигнал. Сигнал измеряют регистрирующим устройством в милливольтах.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. **(Исключен, Изм. № 3).**

3.5. При определении водорода в гелии измерение интенсивности аналитической линии H_β 486,1 нм проводят после удаления водяных паров путем предварительного их вымораживания. Для этого ловушку или часть пробоотборного капилляра перед игольчатым вентилем изгибают в U-образную форму и опускают в стеклянный сосуд Дьюара с жидким азотом для удаления водяных паров (черт. 2). По шкале потенциометра наблюдают за процессом вымораживания. По мере вымораживания водяных паров яркость линии водорода уменьшается. Момент достижения постоянного показания стрелки потенциометра соответствует интенсивности линии H_β 486,1 нм, обусловленной примесью водорода. По градуировочному графику определяют содержание примеси водорода.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Объемные доли примесей в гелии в процентах для стандартных условий определяют по соответствующим градуировочным графикам. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 10 отн. % (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$).

4.2. Объемную долю гелия в пересчете на сухое вещество (X) в процентах вычисляют по разности 100 и суммы объемных долей примесей по формуле

$$X = 100 - \Sigma C_1,$$

где C_1 — объемная доля определяемой примеси (водорода, азота, кислорода, углеводородов, суммы CO и CO_2, аргона и неона), %.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 4).**

4.3. Нормы точности и форма представления результатов измерения объемной доли примесного компонента приводятся в табл. 2.

Таблица 2

Объемная доля примесного компонента (C_1), %	Относительная погрешность измерения, %	Результат измерения, %
От $1 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-4}$	≤ 50	$C_i \pm 0{,}5\ C_i$
Св. $1 \cdot 10^{-4}$ » $1 \cdot 10^{-2}$	≤ 30	$C_i \pm 0{,}3\ C_i$
» $1 \cdot 10^{-2}$ » $1 \cdot 10^{-1}$	≤ 20	$C_i \pm 0{,}2\ C_i$

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Установка спектрального анализа должна быть надежно заземлена.

5.2. Для защиты обслуживающего персонала от воздействия высокочастотного электромагнитного поля электроды генератора должны быть заэкранированы.

5.3. При обращении с баллонами, наполненными сжатым газом, следует руководствоваться

«Правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденными Госгортехнадзором.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5.4. В соответствии с «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» главы ЭШ—8 п. ЭШ—8—8 и БП—1 п. БП—1—1 лица, обслуживающие спектральную установку, должны иметь 1 квалификационную группу по технике безопасности.

Ремонт электрооборудования спектральной установки должны проводить специальные лица, имеющие квалификационную группу по технике безопасности не менее IV.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством газовой промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

А.Г. Бронштейн, А.Г. Хасабова, Е.А. Пак, Т.Р. Литвина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.01.75 № 272

Изменение № 4 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12.04.96)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2405—88	1.1

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в ноябре 1980 г., марте 1985 г., апреле 1990 г., декабре 1996 г. (ИУС 1—81, 6—85, 8—90, 3—97)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.05.99. Подписано в печать 02.07.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,67. Тираж 135 экз. С 3266. Зак. 543.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru