

GAZY SZLACHETNE	NORMA BRANŻOWA	BN-78 6017-14
	Argon ciekły	Zamiast BN-73/6017-14
		Grupa katalogowa X 11

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest argon ciekły otrzymywany z gazu reszkowego po syntezie amoniaku, w procesie niskotemperaturowego rozfrakcjonowania.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Argon ciekły po zgazowaniu stosowany jest w przemyśle do wytwarzania atmosfery ochronnej przy spawaniu metali i ich stopów ze spawaniem plazmowym włącznie, w procesach wyżarzania czystych metali.

W laboratoriach chemicznych stosuje się argon jako gaz ochronny, w preparatyce chemicznej przy otrzymywaniu preparatów łatwo utleniających się, w spektrometrii próżniowej oraz w analityce jako gaz nośny w chromatografii.

Ponadto argon stosowany jest jako wypełnienie lamp żarowych i jarzeniowych oraz w technice półprzewodników.

Można go również stosować jako czynnik chłodzący.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od stopnia czystości różni się dwa rodzaje argonu ciekłego: czysty i techniczny.

2.2. Przykład oznaczenia argonu ciekłego czystego:

ARGON CIEKŁY CZYSTY BN-78/6017-14

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje	
	czysty	techniczny
a) Argonu, %, nie mniej niż	99,9998	99,995
b) Azotu, %, nie więcej niż	0,00005	0,0015
c) Tlenu, %, nie więcej niż	0,00005	0,0015
d) Dwutlenku węgla, wodoru i węglowodorów w sumie, %, nie więcej niż	nie normalizuje się	0,002

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Argon ciekły należy dostarczać w zbiornikach izolowanych próżniowo. Sposób postępowania ze zbiornikami oraz ich znakowanie powinno być zgodne z odpowiednimi przepisami¹⁾.

4.2. Przechowywanie. Argon ciekły należy przechowywać w zbiornikach izolowanych próżniowo, zgodnie z obowiązującymi przepisami¹⁾.

4.3. Transport. Argon ciekły należy transportować w zbiornikach wg 4.1 dowolnymi środkami transportowymi, przystosowanymi do tego celu. Dopuszcza się transport argonu ciekłego rurociągami. Transport powinien odbywać się zgodnie z obowiązującymi przepisami¹⁾.

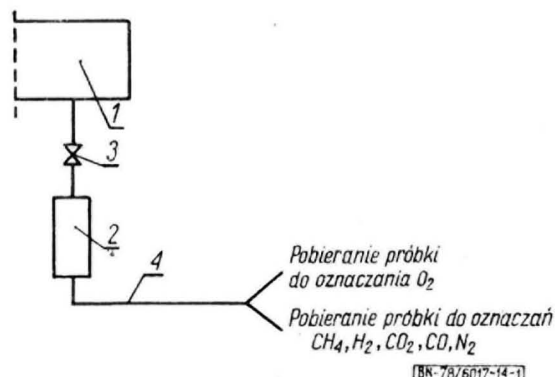
¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 5.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 20 listopada 1978 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1979 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 2/1979 poz. 9)

5. BADAŃIA

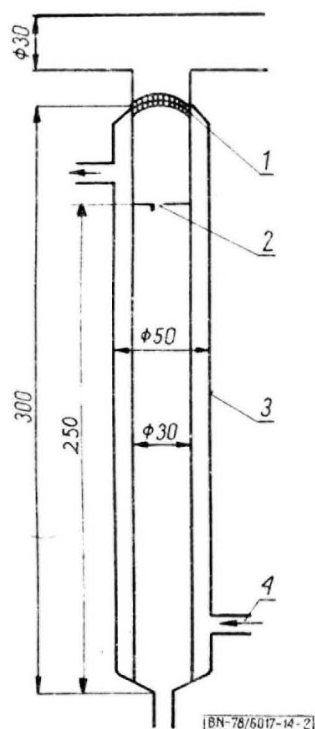
5.1. Wielkość partii. Partię stanowi ilość argonu przetworzona jednorazowo ze zbiornika producenta do zbiornika odbiorcy.

5.2. Pobieranie próbek do analizy. Analityczną kontrolę ciekłego argonu należy wykonywać z próbek pobranych bezpośrednio ze zbiornika (rys. 1), po uprzednim przeprowadzeniu ich w stan gazowy w odparowywaczu (rys. 2).



Rys. 1. Schemat ideowy układu służącego do przeprowadzenia argonu ciekłego w stan gazowy

1 - zbiornik stokażowy, 2 - odparowywacz, 3 - zawór odcinający, 4 - przewód odprowadzający argon gazowy



Rys. 2. Odparowywacz

1 - filtr metalowy, 2 - dyszka, 3 - płaszcz grzejny, 4 - wlot ciepłego powietrza

Odparowywacz wykonany ze stali kwasoodpornej ma płaszcz grzejny, ogrzewany ciepłym powietrzem. Próbkę gazu pobiera się do zaworu dozującego pojemności $0,25\text{ cm}^3$.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości zanieczyszczeń argonu (azotu, tlenku węgla, dwutlenku węgla, metanu i wodoru) metodą chromatografii gazowej

5.3.1.1. Aparatura i przyrządy

- Chromatograf gazowy z detektorem helowo-jonizacyjnym, zaworem oraz pętlą dozującą pojemności $0,25\text{ cm}^3$.
- Elektroniczny cyfrowy integrator z wyjściem na drukarkę albo planimetr biegunowy.
- Naczynie do eksponencjonalnego rozcieńczania z mikrostrzykawką do gazu, pojemności $250\text{ }\mu\text{l} + 50\text{ }\mu\text{l}$.
- Reduktory do helu.
- Rejestrator.
- Rurki ze stali nierdzewnej; długości około 6 m i 9 m, średnice: zewnętrzna około 4 mm i wewnętrzna około 2 mm, łączone za pomocą złączek Swagelok.
- Wibrator elektryczny lub inne urządzenia o podobnym działaniu.

5.3.1.2. Odczynniki i materiały pomocnicze

- Azot ciekły.
- Hel spektr., cz. 99,9995% (gaz nośny).
- Wypełnienie kolumn chromatograficznych:
 - sita molekularne 5A o uziarnieniu $0,18 + 0,28\text{ mm}$ wg BN-70/6069-11,
 - porapak Q o uziarnieniu $0,10 + 0,14\text{ mm}$.

5.3.1.3. Przygotowanie wypełnienia kolumny chromatograficznej. Odpowiednie ilości wypełnień kolumn chromatograficznych należy wygrzewać w piecu elektrycznym w ściśle określonej temperaturze przez określony czas, w strumieniu gazu obojętnego, przy czym:

- sita molekularne 5A
 - temperatura wygrzewania - 400°C ;
 - czas wygrzewania - 5 h;
- porapak Q
 - temperatura wygrzewania - 225°C ;
 - czas wygrzewania - 2 h.

5.3.1.4. Napełnianie kolumn chromatograficznych. Czyste rurki ze stali nierdzewnej zamknąć z jednej strony kłębkiem waty szklanej o długości 1 cm. Do jednej z nich, o długości 6 m, wsypywać porcjami przez szklany lej, połączony z rurką kawałkiem gumowego węża, sita molekularne 5A, a do drugiej, o długości 9 m, porapak Q.

Zawartość kolumn ubijać w czasie napełniania za pomocą wibratora. Wypełnione kolumny zamknąć na drugim końcu takim samym kłębkiem waty, po czym wygiąć w taki kształt, aby było możliwe umieszczenie ich w termostacie chromatografu.

5.3.1.5. Uruchomienie chromatografu należy przeprowadzić w następującej kolejności:

a) Zainstalować kolumny (5.3.1.4) w chromatografii. Nie podłączać ich wylotów do detektorów.

b) Podłączyć układ gazu nośnego i sprawdzić jego szczelność.

c) Szybkość przepływu gazu nośnego ustawić w granicach $50 \pm 60 \text{ cm}^3/\text{min}$.

d) Włączyć zasilanie aparatu.

e) Temperaturę termostatu kolumn nastawić na 200°C , w której wygrzewać kolumny co najmniej przez 24 h, po czym obniżyć ją do 170°C .

f) Podłączyć wyloty kolumn do wlotu detektorów.

g) Włączyć ogrzewanie termostatu detektorów. Temperaturę termostatu detektorów nastawić na 190°C . W tych warunkach należy utrzymywać kolumny i detektory przez 24 h.

h) Obniżyć temperatury termostatów kolumn i detektorów do około 20°C . W celu ustabilizowania układu należy odczekać około 24 h. Wcześniej, przed ostatecznym ustaleniem się warunków pracy, użycie detektora zmniejsza jego czułość i może spowodować niestabilność linii zerowej.

i) Uruchomić aparat zgodnie z załączoną instrukcją obsługi, nastawiając:

- przepływ gazu nośnego (helu) - $50 \text{ cm}^3/\text{min}$,
- temperaturę kolumn i detektorów - $15 \pm 40^\circ\text{C}$,
- ciśnienie gazu nośnego na wlocie do układu - $688,5 \text{ kPa}$ (7 at),
- zasilanie detektorów - 400 V.

Podane czasy i temperatury wygrzewania kolumn i detektorów należy traktować orientacyjnie. W celu uzyskania jak najlepszych rezultatów można je zmieniać.

5.3.1.6. Sporządzanie krzywych wzorcowych. Sporządzanie krzywych wzorcowych dla N_2 , CO_2 , CC , CH_4 i H_2 przeprowadza się za pomocą naczynia do eksponencyjnego rozcieńczenia próbek.

Po dokładnym zmierzeniu objętości naczynia do rozcieńczenia próbek oraz ustaleniu warunków pomiaru, jak ciśnienie i przepływ próbki, określa się stężenie wyjściowe danej próbki i oblicza w sekundach czas (T), po jakim rozcieńczenie próbki osiągnie żądane stężenie, wg wzoru

$$T = \frac{V_0}{Q} \cdot \ln \frac{C_0}{C} \quad (1)$$

w którym:

V_0 - objętość naczynia do rozcieńczenia, cm^3 ,

Q - przepływ próbki, cm^3/min ,

C_0 - stężenie wyjściowe próbki, %,

C - stężenie żądane próbki, %.

Po określeniu za pomocą integratora powierzchni poszczególnych pików o znanym stężeniu, uzyskanych przy wstrzykiwaniu próbki w ściśle określonym czasie, jak rów-

nież przeliczeniu cm^2 na $\text{mV} \cdot \text{s}$, wykreśla się krzywe zależności powierzchni piku od stężenia danego składnika.

Mając do dyspozycji czyste gazy wykonuje się kalibrację dla każdego składnika osobno.

5.3.1.7. Wykonanie oznaczenia. Oznaczanie zawartości N_2 , CO_2 , CO , CH_4 i H_2 wykonuje się na kolumnach wypel-nionych sitami molekularnymi 5A lub porapakem Q (5.3.1.4).

Po uruchomieniu chromatografu wg 5.3.1.5 i ustabilizowaniu się układu, tzn. z chwilą ustalenia się linii zerowej, za pomocą zaworu dozującego pojemności $0,25 \text{ cm}^3$, wprowadza się do obiegu gazu nośnego, próbkę analizowanego gazu pobieranego zgodnie z 5.2.

Próbkę analizuje się przy ustalonych dla poszczególnych składników czułościach, przyjętych przy kalibrowaniu próbek wzorcowych.

Otrzymuje się chromatogram, na którym piki odpowiadające poszczególnym zanieczyszczeniom badanego argonu wychodzą w następującej kolejności:

sita molekularne 5A - H_2 , Ar, N_2 , CH_4 , CO ,
porapak Q - H_2 , N_2 , Ar, CH_4 , CO_2 , CO .

5.3.1.8. Obliczanie wyników. Na chromatogramach otrzymanych wg 5.3.1.7 określa się za pomocą integratora lub planimetru powierzchnie pików H_2 , N_2 , CH_4 , CO_2 , CO i przelicza cm^2 na $\text{mV} \cdot \text{s}$, po czym z krzywych wzorcowych wykonanych wg 5.3.1.6 odczytuje się odpowiadające tym powierzchniom zawartości ww. gazów.

Odczytane wartości stanowią udziały procentowe poszczególnych zanieczyszczeń argonu.

5.3.1.9. Dopuszczalne różnice między wynikami. Powierzchnie pików tego samego składnika nie powinny się różnić więcej niż o $\pm 0,1 \text{ cm}^2$. Wysokości pików tego samego składnika nie powinny się różnić więcej niż o $\pm 1 \text{ mm}$.

5.3.1.10. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń spełniających wymagania 5.3.1.9.

5.3.2. Oznaczanie zawartości tlenu należy wykonać analizatorem typu Hersh'a zgodnie z instrukcją obsługi.

5.3.3. Obliczanie zawartości argonu. Zawartość argonu (X) obliczyć objętościowo w procentach wg wzoru

$$X = 100 - X \quad (2)$$

w którym X - suma zanieczyszczeń argonu oznaczonych wg 5.3.1 i 5.3.2, %.

5.4. Interpretacja wyników. Wyniki oraz wartości liczbowe występujące w normie należy interpretować wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2 (metoda Z).

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Azotowe KĘDZIERZYN w Kędzierzynie-Koźlu.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-73/6017-14. Podwyższono zawartość głównego składnika zarówno dla argonu czystego, jak i technicznego.

3. Normy związane
PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
BN-70/6069-11 Syntetyczne sorbenty cząsteczkowe

4. Normy zagraniczne
Bułgaria BDS 13350-76 Аргон мечен и газообразен
NRD TGL 28970/01/03 Argon

Rumunia STAS 7956-75 Argon comprimé
ZSRR ГОСТ 10157-73 Аргон газообразный и жидкий

5. Symbol wg SWW - 1334-212.

6. Autorzy projektu normy - mgr inż. B. Żurawska, inż. M. Mosiek, mgr R. Duszewski - Zakłady Azotowe KĘDZIERZYN.

7. Przepisy dotyczące pakowania, przechowywania i transportu

a) w zakresie pakowania i przechowywania:

Rozporządzenie Ministra Górnictwa i Energetyki z dnia 27 lipca 1973 r. w sprawie budowy i eksploatacji stałych zbiorników ciśnieniowych oraz wykonywania dozoru technicznego nad tymi zbiornikami (Dz. U. nr 41, poz. 230)

Rozporządzenie Ministra Górnictwa i Energetyki z dnia 7 października 1963 r. w sprawie budowy i eksploatacji kotłów i wodnych, przenośnych zbiorników ciśnieniowych i wytwornic acetylenowych oraz wykonywania nad nimi dozoru technicznego (Dz. U. nr 46, p. 257)

DT/Z/63 Przepisy Dozoru Technicznego. Stałe zbiorniki ciśnieniowe. Warszawa: Wydawnictwo Katalogów i Cenników 1971

DT/B/63 Przepisy Dozoru Technicznego. Przenośne zbiorniki ciśnieniowe. Warszawa: Wydawnictwo Katalogów i Cenników 1971

b) w zakresie transportu:

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz. TiZK nr 29, poz. 64 z 1968 r.)

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz. U. PRL z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej kolejowej komunikacji towarowej - stanowiąc załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 1966 r.)

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych - RID, stanowiący załącznik 1 do Konwencji GIM (Dz. U. PRL nr 21, poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)