

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**АММИАК ЖИДКИЙ БЕЗВОДНЫЙ**

Газохроматографический метод определения массовой доли воды

**ГОСТ
28995—91**Liquidified anhydrous ammonia for industrial use.
Determination of water content. Gas chromatographic method**(ИСО 7104—85)**МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109Дата 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

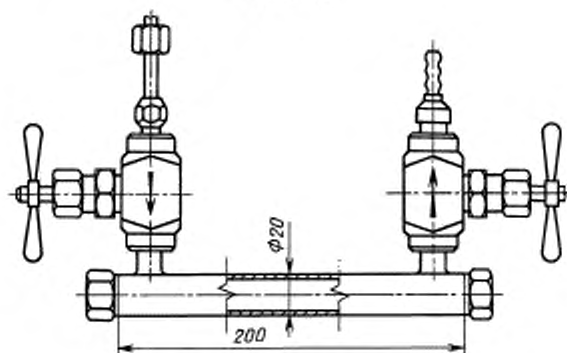
Пробы жидкого аммиака следует отбирать в специальный баллончик из нержавеющей стали по ГОСТ 6221.

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;

С. 2 ГОСТ 28995—91

- 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;

- бесшмазочным газовым краном поворотного типа с калиброванными сменными дозами вместимостью 2 и 5 см³;

- блоком подготовки газов для очистки, регулирования и стабилизации двух потоков газа-носителя с помощью регуляторов давления и регуляторов расхода, обеспечивающим возможность установок расходов не менее 6 дм³/ч в каждой линии при входном давлении не ниже 2026 ГПа (2 кгс/см²);

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

Интегратор любой марки.

Линейка 300 по ГОСТ 427.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Секундомер СОПР-36-1—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 дм³.

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) себацнат.

Диэтиловый эфир по НТД.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка разделительной колонки

2 г ди-(2-этилгексил) себацната растворяют в 10—15 см³ 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 дм³, 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 дм³/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 см³ (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.

С. 4 ГОСТ 28995—91

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 среднееарифметическое 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. Комисов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Назейкиной*

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