

## **ГЕЛИЙ ГАЗООБРАЗНЫЙ**

### **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ПРИМЕСЕЙ ЭМИССИОННЫМ СПЕКТРАЛЬНЫМ АНАЛИЗОМ**

Издание официальное

БЗ 12—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й     С Т А Н Д А Р Т****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 призмный 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<sup>2</sup>), 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.

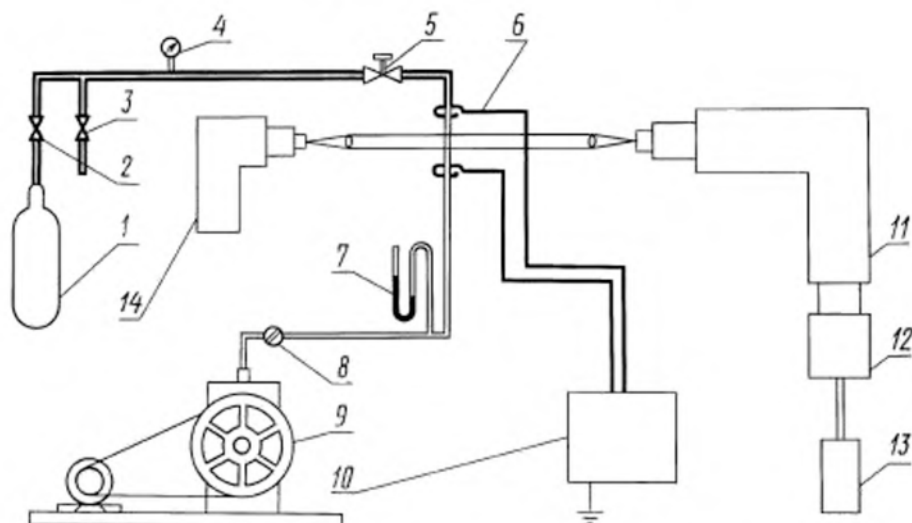
Издание официальное

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 дополнительной 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 призмный; 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 дополнительной 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 милливольтгах, 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 $1 \cdot 10^{-4}$ » $5 \cdot 10^{-3}$	ArI 480,6
Водород	» $1 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$ Св. $5 \cdot 10^{-3}$ » $6 \cdot 10^{-1}$	$H_{\beta}$ 486,1 $H_{\alpha}$ 656,2 или $H_{\gamma}$ 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 <sub>2</sub>	» $5 \cdot 10^{-5}$ » $5 \cdot 10^{-3}$	C <sub>2</sub> 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 рампой 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 призмной части спектрографа на спектр. Визуальное наблюдение спектра ведут монохроматором.

3.3. Аналитические линии анализируемых примесей последовательно выводят на фотоумно-