

GB/T 3864—1996

## 前 言

本标准是对 GB/T 3864—83《工业用气态氮》的修订。优等品等效采用 ГOCT 9293—74 中 1 级规格，一等品和合格品优于该标准中 2 级和 3 级规格。

对 GB/T 3864—83 修订时，保留了 GB/T 3864—83 的主要技术内容，但适用范围增加了液态氮，同时增加了有关液态氮的抽样、包装、储运等技术内容；技术要求由原分两类改为按优等品、一等品、合格品分等，并对其指标作了相应的调整；氧含量的分析方法采用化学吸收法或气相色谱法，两种方法并列，具有同等效力，但在吸收法中量气管下端最小分度值改为 0.1 mL；游离水的测定保留了倒置法，增加了水蒸气含量测定——电解法或露点法，两种方法并列；产品包装中删去了瓶装气态氮压缩系数表 and 不同温度时的对应压力表，改为直接给出氮气体积换算系数  $k$  值表，增加了液态氮的体积计算公式，增加了引用标准。

本标准自实施之日起代替 GB/T 3864—83。

本标准的附录 A 是标准的附录，附录 B 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部西南化工研究院归口。

本标准起草单位：化学工业部西南化工研究院、北京普莱克斯实用气体有限公司。

本标准主要起草人：何道善、周阳云、周立慧

# 中华人民共和国国家标准

## 工业氮

Industrial nitrogen

GB/T 3864—1996

代替 GB/T 3864—83

### 1 范围

本标准规定了工业氮产品的技术要求、检验方法以及包装、标志等。本标准适用于由空气分离制取的气态氮或液态氮,其化学性质不活泼,不可燃,是一种窒息性气体,主要用作保护气。

分子式: $N_2$ 。

相对分子质量:28.013 4(按 1991 年国际相对原子质量)。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—90 危险货物包装标志

GB 5099—85 钢质无缝气瓶

GB/T 5274—85 气体分析 校准用混合气体的制备 称量法

GB/T 5832.1—86 气体中微量水分的测定 电解法

GB/T 5832.2—86 气体中微量水分的测定 露点法

GB 7144—86 气瓶颜色标志

GB/T 10626—89 气体分析 标准混合气体 混合物制备证书

GB 14193—93 液化气体气瓶充装规定

GB 14194—93 永久气体气瓶充装规定

JB/T 5905—92 真空多层绝热 低温液体容器

JB/T 6897—93 低温液体槽车

JB/T 6898—93 低温液体储存设备 使用安全规范

### 3 要求

工业氮技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氮气纯度, $10^{-2}(V/V)$	$\geq 99.5$	99.5	98.5
氧含量, $10^{-2}(V/V)$	$\leq 0.5$	0.5	1.5

表 1(完)

项 目			指 标		
			优等品	一等品	合格品
水分	游离水, mL/瓶	≤	—	无	100
	露点, °C	≤	-43	—	—
注: 液态氮不规定水分指标					

#### 4 试验方法

##### 4.1 抽样

瓶装工业氮气按批量抽样。在每批产品中随机抽取 2% 的样品进行检验。当批量少于 100 瓶时, 抽取样品数不得少于 2 瓶; 多于 200 瓶时, 抽取不得少于 5 瓶。

当检验结果有一瓶不符合本标准任何一项要求时, 则应自同批产品中重新加倍抽样检验, 若仍有一瓶不符合本标准任何一项要求时, 则该批产品不合格。

液态氮从每个充装容器的液相取样。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求时, 该产品不合格。

管道输送氮气, 在 4 h 内至少采样检验一次。当检验结果有任何一项指标不符合本标准的要求时, 则该 4 h 内产品不合格。

##### 4.2 氮气纯度

氮气纯度按(1)式计算求得:

$$\phi = 100 - \phi_1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $\phi$ ——氮气纯度,  $10^{-2}(V/V)$ ;

$\phi_1$ ——氧含量,  $10^{-2}(V/V)$ 。

##### 4.3 氧含量的测定

氧含量的测定采用化学吸收法或气相色谱法, 两种方法具有同等效力。

###### 4.3.1 化学吸收法

###### 4.3.1.1 方法和原理

用焦性没食子酸碱性溶液吸收法进行测定。样品氮气中的氧被焦性没食子酸碱性溶液吸收, 根据样品气体体积的减少测定氧含量。

###### 4.3.1.2 试剂和溶液

焦性没食子酸: 分析纯;

氢氧化钾: 分析纯;

硫酸: 化学纯  $5 \times 10^{-2}(m/m)$  水溶液;

甲基橙: 分析纯,  $1.0 \times 10^{-3}(m/m)$  水溶液;

液体石蜡;

蒸馏水;

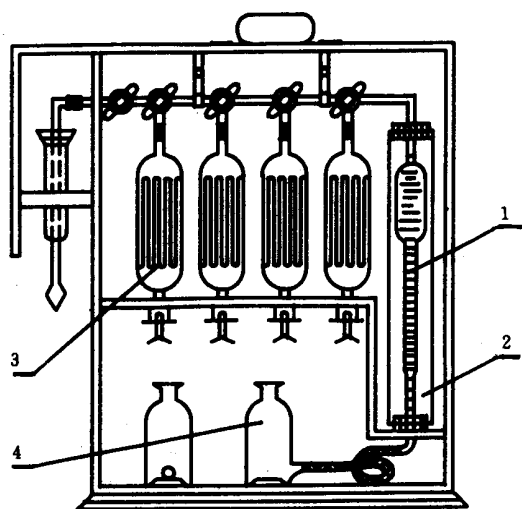
氯化钠: 化学纯, 饱和溶液;

吸收溶液: 称取 60 g 氢氧化钾, 溶于 40 mL 蒸馏水中, 冷至室温。称取 20 g 焦性没食子酸, 溶于 100 mL 蒸馏水中。将上述两种溶液混合均匀;

封闭溶液: 在氯化钠饱和溶液中, 分别加入  $5 \times 10^{-2}$  硫酸和  $1.0 \times 10^{-3}$  甲基橙 3~5 滴。

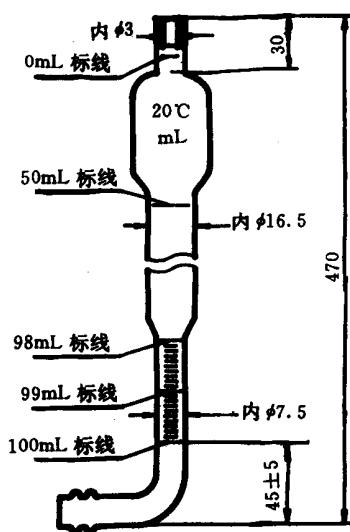
###### 4.3.1.3 仪器

奥氏气体分析器, 测定装置如图 1 所示, 量气管下端最小分度值不大于 0.1 mL。加工示意图如图 2。



1—量气管; 2—套管; 3—吸收瓶; 4—水准瓶

图1 奥氏气体分析器



基本要求: a) 50~98 最小刻度为 0.2 mL, 刻字为 50, 52, 54……;

b) 98~100 最小刻度为 0.1 mL, 刻字为 98, 99, 100

图2 奥氏气体分析器量气管

#### 4.3.1.4 准备工作

将仪器活塞洗净擦干, 涂上少量活塞脂。

在吸收瓶内装入焦性没食子酸碱性溶液, 并将暴露于空气的液面用适量液体石蜡封闭。

在套管中放入量气管, 并用室温水充满套管。将仪器对接部分用胶皮管连接后, 从水准瓶加入封闭液。

用下述方法检查仪器的气密性: 将量气管和吸收瓶充满相应溶液至标记, 关闭活塞, 放低水准瓶, 使仪器中形成负压。如仪器气密性好, 则量气管中液面不应连续降低, 吸收瓶中液面不应连续升高。

#### 4.3.1.5 测定

操作水准瓶, 取经减压至大气压下的被分析气体 30~50 mL 清洗仪器管道 2~3 次后, 于量气管中

吸入稍多于 100 mL 的分析气样,旋转三通活塞,使量气管和大气相通,排出多余气体,将封闭溶液液面调至零刻度。关闭三通活塞。

打开第一个吸收瓶上的两通活塞,缓缓举起水准瓶,将量气管中分析气样压入吸收瓶中,再缓缓下降水准瓶,使分析气样回到量气管中。如此反复操作 3~4 次后,将残余气体返回量气管中,水平读取氧含量。重复上述操作,直至读取数值恒定。

为了检查吸收液的失效程度,再将残余气体压入第二个吸收瓶,进行测定操作。当发现用第一个吸收瓶的测定值比用第二个吸收瓶的测定值低时,应更换吸收液。

#### 4.3.1.6 结果处理

以两次平行测定的算术平均值为最后测定结果。两次测定结果之差不应超过 0.1%。

#### 4.3.2 气相色谱法

##### 4.3.2.1 仪器

采用带有热导检测器的气相色谱仪。

仪器对氧的检测限不高于:  $0.05 \times 10^{-2}$ 。

##### 4.3.2.2 操作条件

载气:纯氦。流速 30~40 mL/min;

工作电流:约 80 mA;

色谱柱:约 1.6 m 长 0.25~0.40 mm 的 5A 或 13X 分子筛柱;

色谱柱温度:室温。

标准样品:氮中氧含量按表 1。允许差  $\pm 2\%$ ,按 GB/T 5274 或 GB/T 10627 规定配制。

##### 4.3.2.3 测定步骤

按仪器说明书启动仪器,选定操作条件,直至仪器工作稳定。

先后将待测样品气和标准气用减压阀及取样管与仪器样品阀入口连接,采用三次升、降压的方法置换瓶阀、取样阀及其管道。切换六通阀进样。测量氧峰峰高或峰面积。重复进样二次,当相对偏差不大于 5%时,取其平均值进行计算。

##### 4.3.2.4 计算

氮气中氧的含量按式(2)计算:

$$\phi_1 = (\phi_2/h_2) \cdot h_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $\phi_1$ ——样品气中氧的含量,  $10^{-6}V/V$ ;

$\phi_2$ ——标准气中氧的含量,  $10^{-6}V/V$ ;

$h_1$ ——样品气中氧峰峰高, mm(或峰面积,  $mm^2$ );

$h_2$ ——标准气中氧峰峰高, mm(或峰面积,  $mm^2$ )。

#### 4.4 水分的测定

##### 4.4.1 水蒸气含量的测定

按 GB/T 5832.1 或 GB/T 5832.2 规定进行测定。两种方法具有同等效力。

##### 4.4.2 游离水的测定

氮气瓶中游离水用倒置法测定。将冷至室温的氮气气瓶垂直倒立 10 min 后,微开瓶阀,让水流入清洁干燥的容器内,当气体喷出时立即关闭瓶阀,流出的水用量筒计量。

### 5 包装、标志、安全

#### 5.1 包装容器

充装、储运气态氮的气瓶应符合 GB 5099 的规定。

充装、储运液态氮的容器应符合《压力容器安全技术监察规程》和 JB/T 5905、JB/T 6897 的规定。

瓶装氮气在出厂前应检查瓶嘴、瓶阀螺纹连接处以及瓶阀阀杆处无泄漏,并戴上瓶帽和防振圈。

## 5.2 充装

### 5.2.1 气态氮

气态氮充装应符合 GB 14194 的规定。

在确认气瓶内氮气温度与环境温度相等后,用不低于 2.5 级的压力表测量气体压力,在 20℃ 时应为  $15.0 \pm 0.5$  MPa。

在 20℃、101.3 kPa 状态下,气瓶中气态氮的体积  $V_2$  (m<sup>3</sup>) 按式(3)计算:

$$V_2 = K \cdot V_3 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $K$ ——氮气体积换算系数,见附录 A(标准的附录);

$V_3$ ——氮气气瓶的水容积,L。

### 5.2.2 液态氮

液态氮充装应符合 GB 14193 的规定。

液态氮的质量换算为 20℃、101.3 kPa 状态下气态氮的体积  $V_2$  (m<sup>3</sup>),按式(4)计算:

$$V_2 = m \times 1\,000/1.165 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $m$ ——液态氮的质量,t;

1.165——氮气的密度,kg/m<sup>3</sup>。

## 5.3 标志

氮气气瓶的钢印标记应符合《气瓶安全监察规程》的规定,见附录 B 中 B2 章(提示的附录)。

氮气气瓶漆色标记应符合 GB 7144 的规定。

氮气气瓶运输安全标志应符合 GB 190 的规定。

包装工业氮的容器应标上黄色的“工业氮”字样。

## 5.4 安全

5.4.1 氮气气瓶的安全使用、运输和储存应符合《气瓶安全监察规程》的规定,见附录 B(提示的附录)中 B1 章。若有新规程,按新规程规定。

低温液体储存设备的安全使用应符合 JB/T 6898 的规定。

5.4.2 空气中氮含量增高时,人会因缺氧而窒息。工作场所的空气中氧的体积浓度不应小于 19%。

5.4.3 为了避免车间氮浓度增大,不允许氮气排放于室内。在有大量氮气存在的场所工作时,应戴氧气呼吸器。

5.4.4 检修充氮设备、容器管道时,需用空气置换,分析氧含量合格后方允许工作。

## 5.5 合格证

氮气出厂时应附有质量合格证,其内容包括:产品名称、类别和质量等级、生产厂名称、生产日期或生产批号、氮气的数量(m<sup>3</sup>)、压力(MPa)或质量(kg)、本标准代号。

**附录 A**  
(标准的附录)  
**氮气体积换算系数 K**

温度 ℃	压力, MPa(kg/cm <sup>2</sup> )													
	9.8 (100)	10.3 (105)	10.8 (110)	11.3 (115)	11.8 (120)	12.3 (125)	12.7 (130)	13.2 (135)	13.7 (140)	14.2 (145)	14.7 (150)	15.2 (155)	15.7 (160)	16.2 (165)
-40	0.133	0.140	0.146	0.153	0.160	0.166	0.173	0.179	0.186	0.192	0.199	0.205	0.211	0.217
-35	0.129	0.135	0.142	0.148	0.155	0.161	0.167	0.174	0.180	0.186	0.192	0.198	0.204	0.210
-30	0.125	0.131	0.138	0.144	0.150	0.156	0.162	0.168	0.174	0.180	0.186	0.192	0.198	0.204
-25	0.122	0.128	0.134	0.140	0.146	0.152	0.157	0.163	0.169	0.175	0.180	0.186	0.192	0.197
-20	0.118	0.124	0.130	0.136	0.142	0.147	0.153	0.159	0.164	0.170	0.175	0.181	0.186	0.192
-15	0.115	0.121	0.126	0.132	0.138	0.143	0.149	0.154	0.160	0.165	0.170	0.176	0.181	0.186
-10	0.112	0.118	0.123	0.129	0.134	0.140	0.145	0.150	0.156	0.161	0.166	0.171	0.176	0.181
-5	0.110	0.115	0.120	0.126	0.131	0.136	0.141	0.146	0.152	0.157	0.162	0.167	0.172	0.177
0	0.107	0.112	0.117	0.122	0.128	0.133	0.138	0.143	0.148	0.153	0.158	0.163	0.168	0.172
5	0.104	0.110	0.115	0.120	0.125	0.130	0.134	0.139	0.144	0.149	0.154	0.159	0.164	0.168
10	0.102	0.107	0.112	0.117	0.122	0.127	0.132	0.136	0.141	0.146	0.150	0.155	0.160	0.164
15	0.100	0.105	0.110	0.114	0.119	0.124	0.128	0.133	0.138	0.142	0.147	0.152	0.156	0.161
20	0.098	0.103	0.107	0.112	0.117	0.121	0.126	0.130	0.135	0.139	0.144	0.148	0.153	0.157
25	0.096	0.100	0.105	0.110	0.114	0.119	0.123	0.128	0.132	0.136	0.141	0.145	0.149	0.154
30	0.094	0.098	0.103	0.107	0.112	0.116	0.121	0.125	0.129	0.134	0.138	0.142	0.146	0.151
35	0.092	0.096	0.101	0.105	0.110	0.114	0.118	0.122	0.127	0.131	0.135	0.139	0.143	0.148
40	0.090	0.095	0.099	0.103	0.108	0.112	0.116	0.120	0.124	0.128	0.132	0.137	0.141	0.145
45	0.089	0.093	0.097	0.101	0.106	0.110	0.114	0.118	0.122	0.126	0.130	0.134	0.138	0.142
50	0.087	0.091	0.095	0.100	0.104	0.108	0.112	0.116	0.120	0.124	0.128	0.132	0.135	0.139

**附录 B**  
(提示的附录)  
**《气瓶安全监察规程》有关规定**

**B1 气瓶的使用、储存与运输**

.....

第 68 条 运输和装卸气瓶时,应遵守下列要求:

- 1 运输工具上应有明显的安全标志;
- 2 必须配戴好瓶帽(有防护罩的除外),轻装轻卸,严禁抛、滑、滚、碰;
- 3 吊装时,严禁使用电磁起重机和链绳;
- 4 瓶内气体相互接触能引起燃烧、爆炸,产生毒物的气瓶,不得同车(厢)运输;  
易燃、易爆、腐蚀性物品或与瓶内气体起化学反应的物品,不得与气瓶一起运输;
- 5 气瓶装在车上,应妥善固定。横放时,头部应朝向一方,垛高不得超过车厢高度,且不超过五层;  
立放时,车厢高度应在瓶高的三分之二以上。
- 6 夏季运输应有遮阳设施,避免曝晒,城市的繁华市区应避免白天运输;
- 7 严禁烟火。运输可燃气体气瓶时,运输工具上应备有灭火器材;

8 运输气瓶的车、船不得在繁华市区、重要机关附近停靠；车、船停靠时，司机与押运人员不得同时离开；

9 装有液化石油气的气瓶，不应长途运输。

第 69 条 储存气瓶时，应遵守下列要求：

1 应置于专用仓库储存，气瓶仓库应符合《建筑设计防火规范》的有关规定；

2 仓库内不得有地沟、暗道，严禁明火和其他热源，仓库内应通风、干燥，避免阳光直射；

3 盛装易起聚合反应或分解反应气体的气瓶，必须规定储存期限，并应避免放射性射线源；

4 空瓶与实瓶两者应分开放置，并有明显标志，毒性气体气瓶和瓶内气体相互接触能引起燃烧、爆炸，产生毒物的气瓶，应分室存放，并在附近设置防毒用具或灭火器材；

5 气瓶放置应整齐，配戴好瓶帽。立放时，要妥善固定；横放时，头部朝同一方向，垛高不宜超过五层。

第 70 条 气瓶使用时，应遵守下列规定：

1 不得擅自更改气瓶的钢印和颜色标记；

2 气瓶使用前应进行安全状况检查，对盛装气体进行确认；

3 气瓶的放置地点，不得靠近热源，距明火 10 m 外，盛装易起聚合反应或分解反应气体的气瓶，应避开放射性射线源；

4 气瓶立放时应采取防止倾倒措施；

5 夏季应防止曝晒；

6 严禁敲击、碰撞；

7 严禁在气瓶上进行电焊引弧；

8 严禁用温度超过 40℃ 的热源对气瓶加热；

9 瓶内气体不得用尽，必须留有剩余压力，永久气体气瓶的剩余压力，应不小于 0.05 MPa；液化气体气瓶应留有不少于 (0.5~1.0)% 规定充装量的剩余气体；

10 在可能造成回流的使用场合，使用设备上必须配置防止倒灌，如单向阀、止回阀、缓冲罐等；

11 液化石油气瓶用户，不得将气瓶内的液化石油气向其他气瓶倒装；不得自行处理气瓶内的残液；

12 气瓶投入使用后，不得对瓶体进行挖补、焊接修理。

## B2 气瓶的钢印标记

.....

附录 1 气瓶的钢印标记和检验色标

.....

2 气瓶的钢印标记应符合下列规定：

(1) 钢印标记打在瓶肩上时，其位置如图 1-1-A 所示，打在护罩上时，如图 1-1-B 所示。

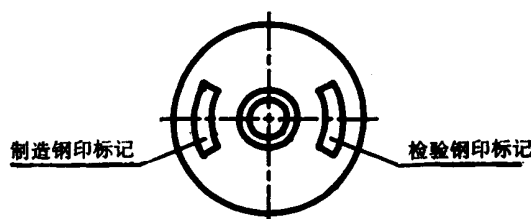


图 1-1-A



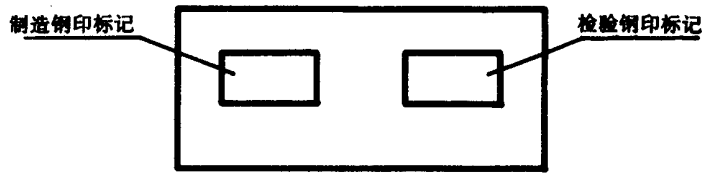
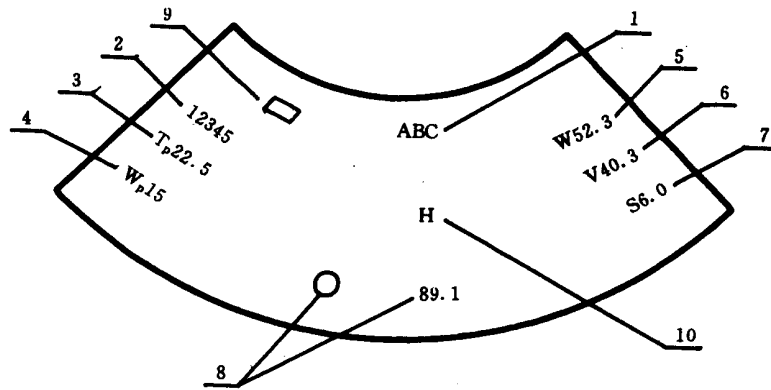


图 1-1-B

(2) 钢印标记的项目和排列,如图 1-2-A 和图 1-2-B 所示。



图中标记含义:

- 1—气瓶制造单位代号; 2—气瓶编号; 3—水压试验压力,MPa; 4—公称工作压力,MPa;
- 5—实际重量,kg; 6—实际容积,L; 7—瓶体设计壁厚; 8—制条单位检验标记和制造年月;
- 9—监督检验标记; 10—寒冷地区用气瓶标记

图 1-2-A 制造钢印标记

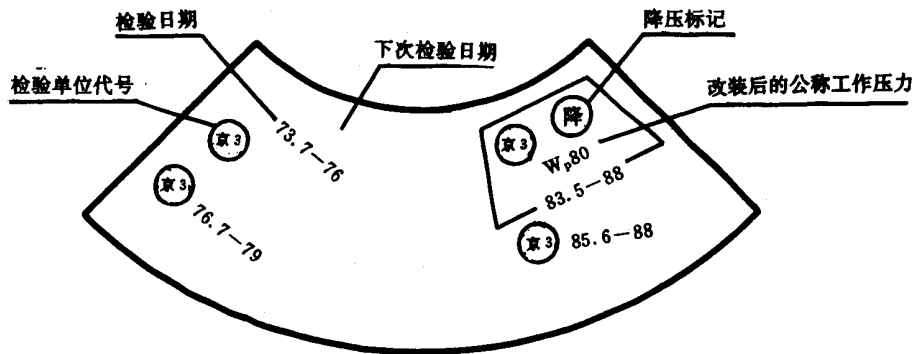


图 1-2-B 检验钢印标记

(3) 制造钢印标记,也可在瓶肩部沿一条圆周线排列。各项目的排列应以图 1-2-A 中的指引号为顺序,即:

- |     |       |                     |                   |       |       |      |       |     |      |
|-----|-------|---------------------|-------------------|-------|-------|------|-------|-----|------|
| (1) | (2)   | (3)                 | (4)               | (5)   | (6)   | (7)  | (8)   | (9) | (10) |
| ABC | 12345 | T <sub>p</sub> 22.5 | W <sub>p</sub> 15 | W52.3 | V40.3 | S6.0 | ○89.1 | □   | H    |

(4) 检验钢印标记,也可打在金属检验标记上,如图 1-3 所示。

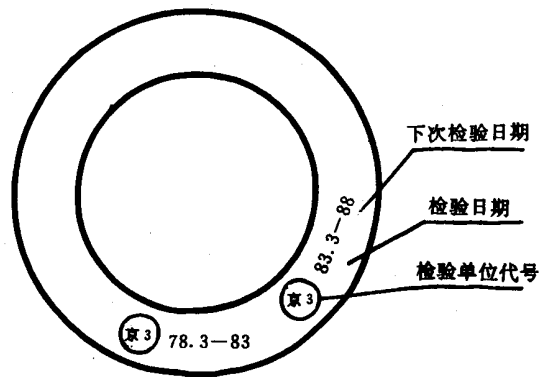


图 1-3

3 钢印标记字体高度应为 5~10 mm,深度为 0.3~0.5 mm。

4 检验钢印标记上,还应按检验年份涂检验色标。检验色标的颜色和形状如下表:

检验年份	颜色	形状
1990	粉红色(RP01)	椭圆形
1991	铁红色(R01)	椭圆形
1992	铁黄色(Y09)	椭圆形
1993	淡紫色(R01)	椭圆形
1994	深绿色(G05)	椭圆形
1995	粉红色(RP01)	矩形
1996	铁红色(R01)	矩形
1997	铁黄色(Y09)	矩形
1998	淡紫色(P01)	矩形
1999	深绿色(G05)	矩形
2000	粉红色(RP01)	椭圆形

注

- 1 括号内的字母和数字表示该颜色的代号。
- 2 椭圆形的长轴约为 80 mm,短轴约为 40 mm;矩形约为 80×40 mm。
- 3 检验色标每 10 年为一个循环周期。