# ГОСТ 6331-78 Кислород жидкий технический и медицинский. Технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3)

ГОСТ 6331-78

Группа Л11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОРОД ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ И МЕДИЦИНСКИЙ

Технические условия

Liquid technical and medical oxygen. Specifications

ОКП 21 1411

Дата введения 1980-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

П.А.Иванов, Л.К.Холопов, Н.М.Дыхно, канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.05.78 N 1418

Изменение N 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 8 от 12.10.95)

За принятие проголосовали:

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3. Срок проверки - 1994 г.

Периодичность проверки - 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 6331-68

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, приложения |
| ГОСТ 61-75 | 3.5.1; 3.8.1 |
| ГОСТ 427-75 | 3.3.2.1 |
| ГОСТ 617-90 | 3.2.3 |
| ГОСТ 1277-75 | 3.6.1 |
| ГОСТ 1770-74 | 3.3.2.1; 3.6.1 |
| ГОСТ 2603-79 | 3.3.2.1 |
| ГОСТ 2939-63 | Приложение 2 |
| ГОСТ 3022-80 | 3.3.2.1 |
| ГОСТ 3118-77 | 3.7.1; приложение 1 |
| ГОСТ 3760-79 | 3.2.1; 3.3.1.1; 3.6.1 |
| ГОСТ 3773-72 | 3.2.1 |
| ГОСТ 4107-78 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4108-72 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4165-78 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 4201-79 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 4204-77 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 4232-74 | 3.3.1.1; 3.8.1 |
| ГОСТ 4233-77 | 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1 |
| ГОСТ 4328-77 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4471-78 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 4517-87 | 3.4.1 |
| ГОСТ 4528-78 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 5456-79 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 3.2.1; 3.3.1.1; 3.4.1; 3.5.1; 3.6.1; 3.8.1; приложение 1 |
| ГОСТ 9147-80 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 9293-74 | 3.3.1.1; 3.3.2.1; 3.4.1 |
| ГОСТ 9932-75 | 3.3.2.1; 3.4.1 |
| ГОСТ 10163-76 | 3.8.1 |
| ГОСТ 11293-89 | 3.3.1.1  |
| ГОСТ 13320-81 | 3.2.4 |
| ГОСТ 17433-80 | 3.3.2.1 |
| ГОСТ 18300-87 | 3.3.1.1; 3.4.1; 3.7.1 |
| ГОСТ 18481-81 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 18954-73 | 3.6.1 |
| ГОСТ 19433-88 | 4.1 |
| ГОСТ 20490-75 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 22967-90 | 3.3.2.1 |
| ГОСТ 25336-82 | 3.2.3; 3.3.1.1; 3.4.1; 3.4.3; 3.5.1; 3.6.1 |
| ГОСТ 26460-85 | 4.1 |
| ГОСТ 27068-86 | 3.3.1.1 |
| ОСТ 26-04-2574-80 | 3.5.1 |

6. Ограничение срока действия снято по протоколу N 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1998 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в мае 1984 г., марте 1989 г., марте 1996 г. (ИУС 8-84, 6-89, 7-96)

Настоящий стандарт распространяется на жидкий технический и медицинский кислород, получаемый из атмосферного воздуха способом низкотемпературной ректификации.

Жидкий технический кислород применяется после его газификации для газопламенной обработки металлов и других технических целей.

Жидкий медицинский кислород применяется после его газификации для дыхания и лечебных целей.

Формула: О.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) - 31,9988.

Обязательные требования к медицинскому жидкому кислороду, направленные на обеспечение его безопасности для жизни и здоровья населения, изложены в табл.1, пп.1-9 для медицинского кислорода.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Жидкий технический и медицинский кислород должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим регламентам, утвержденным в установленном порядке.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1.2. По физико-химическим показателям жидкий технический и медицинский кислород должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
|  | Норма для марок |
| Наименование показателя | Технический кислород | Медицинский кислород |
|  | Первый сорт | Второй сорт |  |
|  | ОКП 21 1411 0330 | ОКП 21 1411 0340 | ОКП 21 1411 0400 |
| 1. Объемная доля кислорода,%, не менее | 99,7 | 99,5 | 99,5 |
| 2. Содержание ацетилена | Отсутствие |
| 3. Объем двуокиси углерода в 1 дм жидкого кислорода, см, при 20 °С и 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), не более | 2,0 | 3,0 | 3,0 |
| 4. Содержание масла | Отсутствие |
| 5. Содержание окиси углерода | Не нормируется | Должен выдерживать испытание по п.3.6 |
| 6. Содержание газообразных кислот и оснований | Не нормируется | Должен выдерживать испытание по п.3.7 |
| 7. Содержание озона и других газов-окислителей | Не нормируется | Должен выдерживать испытание по п.3.8 |
| 8. Содержание влаги и механических примесей | Должен выдерживать испытание по п.3.9 |
| 9. Запах | Не нормируется | Отсутствие |

Примечания:

1. В техническом кислороде 2-го сорта и медицинском кислороде, вырабатываемом на установках типов АКДС-70М и СКДС-70М, допускается объемная доля кислорода не менее 99,2%. Коды ОКП технического кислорода с объемной долей 99,2% - 21 1411 1400, медицинского - 21 1411 1500.

2. По согласованию с потребителем допускается объем двуокиси углерода в техническом кислороде 1-го сорта не более 3,0 см/дм, 2-го сорта - не нормировать.

3. Допускается уменьшение количества жидкого кислорода вследствие его испарения при транспортировании и хранении не более чем на 10%.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Жидкий технический и медицинский кислород принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим показателям качества кислорода, оформленного одним документом о качестве.

При поставке кислорода в транспортных цистернах за партию принимают каждую цистерну.

Каждая партия жидкого кислорода должна сопровождаться документом о качестве, содержащим следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование и сорт продукта;

номер цистерны или номер партии криогенных сосудов;

дату изготовления;

массу жидкого кислорода, т или кг (вычисленную в соответствии с приложением 2);

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии продукта требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта.

2.2. Для проверки изготовителем качества жидкого кислорода пробу отбирают от каждой транспортной цистерны вместимостью более 8 м; при наполнении цистерн меньшей вместимости или криогенных сосудов пробу отбирают из накопительной емкости до наполнения партии или из разделительного аппарата до и после наполнения партии.

2.3. Для проверки потребителем качества жидкого кислорода пробу отбирают от каждой транспортной цистерны или 5% криогенных сосудов, но не менее двух сосудов при малых партиях.

2.1-2.3. (Измененная редакция, Изм. N 1).

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ по этому показателю на удвоенной выборке. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. Перед отбором пробы жидкого кислорода из цистерны сливают 1-2 дм жидкого кислорода для охлаждения и промывки коммуникаций. Затем в криогенный сосуд наливают 5 дм жидкого кислорода. Далее из этого количества отбирают пробы для определения кислорода и примесей в техническом и медицинском кислороде.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.2. Определение объемной доли кислорода

3.2.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Измерительный аппарат для анализа кислорода типа АК-М1 (черт.1) или газоанализатор типа ПАК и А.

## Черт.1

Измерительный аппарат для анализа кислорода типа АК-М1



1 - бюретка; 2 - двухходовой кран; 3, 4 - отростки крана; 5, 6 - капиллярные стеклянные трубки;
7 - поглотительная пипетка с капиллярной трубкой; 8 - штатив; 9 - уравнительная склянка;
10, 11 - резиновые трубки

Черт.1

Установка для отбора пробы (черт.2).

## Черт.2

Установка для отбора жидкого кислорода



1 - ящик со шлаковой ватой; 2 - колба стеклянная К-2-500-34 ТС по ГОСТ 25336; 3 - пробка с двумя
отводными трубками; 4 - зажим; 5 - змеевиковый испаритель; 6 - сосуд с водой

Змеевиковый испаритель



Труба М3-М-3х0,5 по ГОСТ 617, длиной 500 мм

Черт.2

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 18%.

Аммиачный раствор хлористого аммония; готовят следующим образом: 750 г хлористого аммония растворяют в 1 дм воды и добавляют 1 дм раствора аммиака.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проволока медная круглая электротехническая типа ММ, диаметром 0,8-1,0 мм, в виде спиралей длиной около 10 мм, диаметром витка около 5 мм.

Смазка для кранов.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2 кг.

Секундомер механический.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

3.2.2. Подготовка к анализу

Для подготовки прибора (см. черт.1) к проведению анализа необходимо цилиндрическую часть пипетки заполнить медными спиралями и закрыть пробкой. После этого вливают в пипетку и уравнительную склянку аммиачный раствор хлористого аммония. Кран бюретки смазывают и соединяют отдельные части прибора резиновыми трубками. Затем проверяют прибор на герметичность по постоянству уровня жидкости в бюретке при закрытом кране и нижнем положении уравнительной склянки.

Перед проведением анализа заполняют аммиачным раствором цилиндрическую часть пипетки с капиллярной трубкой, капиллярную трубку 5, бюретку, проходы и капиллярные отростки крана.

Жидкость в пипетке и бюретке прибора перемещается подъемом или опусканием уравнительной склянки с аммиачным раствором. При этом поворотом крана соединяют внутренний объем бюретки с поглотительной пипеткой или атмосферой.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.2.3. Проведение анализа

250 см жидкого кислорода вливают в колбу установки для отбора пробы (см. черт.2), помещенную в ящик со шлаковой ватой, охлажденной жидким кислородом. Колбу закрывают пробкой с двумя отводными трубками. При открытом зажиме 4 присоединяют к длинной трубке змеевиковый испаритель, погруженный в сосуд с водой, нагретой до 50-60 °С. Прикрывая зажим, регулируют скорость поступления жидкого кислорода в испаритель. Через 1-2 мин присоединяют свободный конец испарителя к прибору для анализа и отбирают в бюретку прибора газообразный кислород в количестве несколько превышающем 100 см. При этом уровень жидкости в бюретке должен опуститься ниже нулевого деления. После отбора пробы кран бюретки закрывают.

Примечание. При отборе пробы переохлажденного жидкого кислорода перед проведением анализа вынимают колбу с пробой из ящика и доводят жидкость до кипения.

Для приведения объема газа в бюретке к атмосферному давлению устанавливают уровень аммиачного раствора хлористого аммония в уравнительной склянке против нулевого деления бюретки. Пережимают резиновую трубку 10 (см. черт.1) и быстрым поворотом крана выпускают из бюретки избыток газа в атмосферу. Затем поворотом крана соединяют бюретку с пипеткой и, поднимая уравнительную склянку, вытесняют весь кислород из бюретки в цилиндрическую часть пипетки. После заполнения раствором капиллярной трубки пипетки кран закрывают.

Для лучшего поглощения кислорода прибор осторожно встряхивают. Через 2-3 мин поглощение кислорода обычно заканчивается. Поворотом крана сообщают бюретку с пипеткой и, медленно опуская уравнительную склянку, переводят в бюретку непоглощенный остаток пробы. Как только аммиачный раствор начинает поступать в бюретку, кран закрывают. Газ в бюретке приводят к атмосферному давлению, устанавливая на одной высоте уровни жидкости в бюретке и уравнительной склянке. Объем остаточных газов в бюретке измеряют через 1-2 мин, выжидая пока жидкость стечет со стенок бюретки. Поглощение кислорода повторяют. Анализ заканчивают, если после повторного поглощения изменение объема остаточных газов не превышает 0,05 см.

Деление, соответствующее уровню жидкости в бюретке, показывает объемную долю кислорода () в процентах в анализируемом кислороде.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,05% при доверительной вероятности = 0,95.

Аммиачный раствор в пипетке прибора заменяют после проведения 20-30 анализов.

(Измененная редакция, Изм. N 3).

3.2.4. Объемную долю кислорода в жидком продукте, отбираемом трубкой для анализа из транспортной или накопительной емкости, а также из разделительного аппарата, допускается определять промышленными автоматическими газоанализаторами непрерывного действия типа МН 5130М по ГОСТ 13320 с погрешностью не более 0,1%, со шкалой 98-100% или аналогичного типа, установленными на постоянно продуваемой трубке для анализа жидкого кислорода с последующим полным испарением последнего. Анализ проводят методом компарирования с использованием поверочной газовой смеси.

При разногласиях в оценке объемной доли кислорода анализ проводят аппаратом типа АК-М1.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

3.3. Определение содержания ацетилена

3.3.1. Конденсационно-колориметрический метод

3.3.1.1. Аппаратура и реактивы

Установка для определения ацетилена (см. черт.3), состоящая из пробоотборника-испарителя (черт.4) или стеклянной колбы П-2-500-34 ТС по ГОСТ 25336, змеевикового конденсатора (черт.5), двух поглотительных сосудов (черт.6), металлического двухстенного сосуда или стеклянного цилиндрического сосуда Дьюара для охлаждения конденсатора и ящика со шлаковой ватой.

## Черт.3

Установка для определения ацетилена



1 - испаритель; 2 - ящик со шлаковой ватой; 3 - сосуд Дьюара; 4 - змеевиковый конденсатор;
5 - поглотительные сосуды; 6 - зажим; 7 - редуктор; 8 - баллон с азотом

Черт.3

## Черт.4

Пробоотборники - испарители жидкого кислорода



Черт.4

## Черт.5

Змеевиковый конденсатор



Стекло молибденовое ЗС-5

Черт.5

## Черт.6



Черт.6

Ареометры общего назначения стеклянные для измерения плотности жидкостей АОН-1 700-1840 по ГОСТ 18481.

Бюретки вместимостью 50 см.

Микробюретки вместимостью 1, 2, 5, 10 см.

Пробирки по ГОСТ 25336 вместимостью 10 см.

Колбы типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см.

Колба типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см.

Тигель по ГОСТ 9147.

Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см.

Фильтр бумажный.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер механический.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25%.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 2%, готовят следующим образом: 2 г желатина растворяют при нагревании в 100 см воды. Реактив годен в течение одной недели.

Медь азотнокислая или медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор готовят из расчета 33,3 г Сu(NО)·3НO или 34,6 г CuSO·5НO на 1 дм воды.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10%.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300, раствор с массовой долей 96%.

Кобальт азотнокислый по ГОСТ 4528.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см.

Хром азотнокислый по ГОСТ 4471.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 2%.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации (NaSO)=0,1 моль/дм (0,1 н.).

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201.

Поглотительный раствор (реактив Илосвая); готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм вливают 150 см раствора азотнокислой или сернокислой меди, раствор аммиака из расчета 5,3 г аммиака на 1 дм поглотительного раствора (см. табл.2) и 230 смраствора соляно-кислого гидроксиламина. При этом раствор в колбе обесцвечивается. К раствору добавляют 45 см раствора желатина и 330 см спирта. Объем раствора доводят водой до метки.

Поглотительный раствор может храниться не более суток.

Таблица 2

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Плотность водного раствора аммиака при 20 °С, г/см | Объем раствора аммиака, содержащий 5,3 г NH, см |
| 0,930 | 31,7 |
| 0,927 | 30,2 |
| 0,923 | 28,8 |
| 0,920 | 27,5 |
| 0,916 | 26,4 |
| 0,913 | 25,3 |
| 0,910 | 24,3 |
| 0,907 | 23,4 |
| 0,904 | 22,6 |
| 0,901 | 21,7 |
| 0,898 | 21,1 |

Образцовые растворы колориметрической шкалы готовят из растворов азотнокислых солей кобальта и хрома.

Раствор азотнокислого кобальта (раствор N 1) должен содержать точно 20 г азотнокислого кобальта (Co(NO)·6НО) в 100 см раствора. Раствор готовят следующим образом: взвешивают 20,2-20,5 г азотнокислого кобальта, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см и доводят объем раствора в колбе до метки. Определяют концентрацию азотнокислого кобальта в полученном растворе. Для этого отбирают 4 см раствора в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель и выпаривают осторожно на песчаной бане. В охлажденный тигель добавляют 0,5 см серной кислоты и выпаривают до прекращения выделения паров серного ангидрида. Затем тигель прокаливают при 400-450 °С и после охлаждения взвешивают.

Массовую концентрацию азотнокислого кобальта () в г/100 см раствора вычисляют по формуле

,

где  - масса прокаленного осадка сернокислого кобальта (CoSO), г;

46,944 - коэффициент, учитывающий отношение молекулярных масс Co(NO)·6HO и CoSO и объем раствора, взятый для анализа.

По результатам анализа доводят концентрацию азотнокислого кобальта в растворе N 1 точно до 20 г в 100 см добавлением воды или азотнокислого кобальта.

Раствор азотнокислого хрома (раствор N 2) должен содержать точно 10 г азотнокислого хрома (Сr(NО)·9НО) в 100 см раствора. Раствор готовят следующим образом: взвешивают 10,2-10,3 г азотнокислого хрома, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см и доводят объем раствора в колбе до метки. Определяют концентрацию азотнокислого хрома в полученном растворе. Для этого отбирают 3 см раствора в стакан вместимостью 100 см, добавляют 50 см воды, 0,2 г двууглекислого натрия и 15 см раствора марганцовокислого калия. Кипятят раствор 10 мин, после этого добавляют 2 см спирта и продолжают кипятить до исчезновения запаха альдегида. Раствор профильтровывают, фильтр промывают водой. К фильтрату добавляют 12 см разбавленной (1:4) серной кислоты и 2 г йодистого калия, выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия.

Массовую концентрацию азотнокислого хрома () в г/100 см раствора вычисляют по формуле

,

где  - объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно  (NaSО)=0,1 моль/дм, израсходованный на титрование, см;

0,444 - коэффициент, учитывающий количество азотнокислого хрома, соответствующее 1 см раствора тиосульфата натрия концентрации  (NaSO)=0,1 моль/дм и объем раствора, взятый для анализа.

По результатам анализа доводят концентрацию азотнокислого хрома в растворе N 2 точно до 10 г в 100 см добавлением воды или азотнокислого хрома.

Образцовые растворы колориметрической шкалы готовят в соответствии с табл.3 в пробирках из бесцветного стекла диаметром 10-11 мм, длиной 140-150 мм.

Таблица 3

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Характеристика образцового раствора | Номер образцового раствора |
|  | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Объем раствора N 1, см | 0 | 0,40 | 0,98 | 1,55 | 2,15 | 2,80 | 4,20 | 5,70 | 7,95 |
| Объем раствора N 2, см | 0 | 0,25 | 0,44 | 0,68 | 0,88 | 1,06 | 1,40 | 1,70 | 2,05 |
| Объем воды, см | 10 | 9,35 | 8,55 | 7,77 | 6,97 | 6,14 | 4,40 | 2,60 | 0 |
| Окраска соответствует объему ацетилена в см при 20 °С и 101,3 кПа (760 мм рт. ст.) в 10 см поглотительного раствора | 0 | 0,01 | 0,02 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,07 | 0,09 | 0,12 |

Пробирки запаивают или закрывают плотно чистыми резиновыми пробками, которые заливают снаружи менделеевской замазкой.

Срок годности образцовых растворов 1 год.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.3.1.2. Проведение анализа

Испаритель - плоскодонную колбу (см. черт.4а) помещают в ящик со шлаковой ватой, охлажденной жидким кислородом или жидким азотом. Цилиндрический испаритель (см. черт.4б) обертывают стеклотканью, которую охлаждают жидким кислородом или жидким азотом.

В испаритель вливают 250 смкислорода и плотно закрывают испаритель резиновой пробкой с двумя отводными трубками. Короткую отводную трубку присоединяют к змеевиковому конденсатору, длинную трубку с присоединенной к ней резиновой трубкой закрывают зажимом. Конденсатор погружают в сосуд Дьюара с жидким кислородом. Для охлаждения конденсатора используют жидкий кислород, оставшийся после отбора пробы, так как при использовании кислорода с повышенным содержанием азота в змеевике может происходить конденсация кислорода, что недопустимо.

Пробу жидкого кислорода испаряют в течение 1,5-2 ч. Ацетилен, содержащийся в испытуемой пробе жидкого кислорода, испаряется и, поступая в конденсатор, вымораживается. При испарении жидкого кислорода необходимо следить, чтобы конденсатор был погружен полностью в жидкий кислород.

После испарения всей пробы жидкого кислорода для удаления остатка кислорода продувают испаритель и конденсатор в течение 8-10 мин медленным током азота (1-2 пузырька в секунду). При этом азот вводят через длинную трубку испарителя при открытом зажиме.

Затем присоединяют к конденсатору в токе азота последовательно два поглотительных сосуда, в каждый из которых предварительно вливают по 10 см поглотительного раствора. Второй сосуд является контрольным.

Не прекращая тока азота, вынимают конденсатор из сосуда Дьюара с жидким кислородом и отогревают конденсатор до комнатной температуры. Скорость поступления газа в поглотительные сосуды должна быть не более 1-2 пузырьков в секунду.

При отогревании конденсатора ацетилен испаряется и с азотом поступает в поглотительный раствор, окрашивая его в красновато-фиолетовый цвет, характерный для коллоидного раствора ацетиленистой меди.

Раствор в контрольном поглотительном сосуде не должен окрашиваться; при появлении окраски необходимо уменьшить скорость поступления газа в поглотительные растворы.

После отогрева конденсатора до комнатной температуры дополнительно продувают систему медленным током азота в течение 5-8 мин.

Раствор из поглотительного сосуда выливают в пробирку для колориметрирования, изготовленную из бесцветного стекла и имеющую те же размеры, что и пробирки колориметрической шкалы.

Сравнивают поглотительный раствор с образцовыми растворами и подбирают близкий по интенсивности окраски. Определяют объем ацетилена в растворе по табл.3. Если раствор в контрольном сосуде был окрашен, его необходимо вылить в отдельную пробирку, определить в нем объем ацетилена по колориметрической шкале и прибавить к объему ацетилена, найденному в первом сосуде.

3.3.1.3. Обработка результатов

Для определения объема ацетилена () в кубических сантиметрах в 1 дм жидкого кислорода результат анализа умножают на коэффициент, равный отношению 1000:250=4, где 250 - объем пробы жидкого кислорода, см.

Кислород считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если поглотительный раствор остается бесцветным и соответствует нулевому образцовому раствору, что свидетельствует об отсутствии ацетилена в анализируемой пробе.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.3.2. Хроматографический метод

Объемную долю ацетилена допускается определять хроматографическим методом совместно с определением других углеводородов из одной пробы жидкости.

3.3.2.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором с порогом чувствительности по пропану не выше 2,5·10 мг/с и газохроматографической колонкой длиной 4-6 м, внутренним диаметром 3-4 мм, заполненной твердым носителем зернением 0,4-0,6 мм, пропитанным диметилсульфоланом (20% от массы носителя).

Концентратор - U-образная трубка из коррозионностойкой стали, диаметром 6 мм, с толщиной стенок 1 мм, длиной 400 мм, заполненная твердым носителем зернением 0,4-0,6 мм, пропитанным триэтиленгликолем (30% от массы носителя).

Пробоотборник стеклянный для отбора проб жидкого кислорода (черт.7).

## Черт.7

Пробоотборник жидкого кислорода



Черт.7

Сосуд Дьюара стеклянный непосеребренный вместимостью 0,5 дм (черт.8).

## Черт.8

Сосуд Дьюара стеклянный  непосредственный\*

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Текст документа соответствует оригиналу.



\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Размер для справок

Черт.8

Футляр для охлаждения концентратора (черт.9).

## Черт.9

Футляр для охлаждения концентратора



1 - ручка; 2 - латунная трубка; 3 - дно

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Размер для справок.

Черт.9

Реометр РКС 1-0,40 по ГОСТ 9932.

Счетчик газовый барабанный с жидкостным затвором типа РГ 700.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер механический.

Цилиндр 1-100 или 3-100 по ГОСТ 1770.

Вспомогательное оборудование для хроматографического анализа:

лупа измерительная 16 увеличением с ценой деления 0,1 мм;

линейка металлическая по ГОСТ 427;

набор сит "Физприбор";

шприц медицинский инъекционный типа Рекорд по ГОСТ 22967 вместимостью 5 см.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород по ГОСТ 3022, марок А или Б высшего сорта.

Сжатый воздух по ГОСТ 17433, класс загрязненности не выше 2-го.

Воздух для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

Твердый носитель:

кирпич инзенский (ИНЗ-600). Фракцию с частицами размером 0,4-0,6 мм промывают водой, затем высушивают в сушильном шкафу при 140-150 °С и прокаливают при 300-400 °С в течение 3-4 ч;

или цветохром-1, цветохром-2 с частицами размером 0,4-0,6 мм или порохром-3.

Растворители - эфир этиловый или ацетон по ГОСТ 2603.

Смесь градуировочная с объемной долей пропана около 50 млн (0,005%) в азоте. Смесь готовят в металлических баллонах путем разбавления азотом поверочной газовой смеси пропана с азотом ГСО N 3961-87 по Госреестру с объемной долей пропана 0,20%.

2,4-Диметилсульфолан.

Триэтиленгликоль.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.3.2.2. Подготовка к анализу

Отбирают в мерный цилиндр около 60 см твердого носителя и взвешивают его и 2,4-диметилсульфолан (около 20% от массы носителя) на технических весах.

Растворяют 2,4-диметилсульфолан растворителем с объемом, равным объему твердого носителя. В полученный раствор всыпают носитель, перемешивают и испаряют растворитель в течение 2-3 ч в токе сухого азота с расходом не более 100 см/мин.

Полученной массой наполняют газохроматографическую колонку. Поверх слоя носителя укладывают слой стекловолокна толщиной 8-12 мм и медную сетку с диаметром отверстий 0,1-0,15 мм.

Колонку продувают при температуре не выше 40 °С газом-носителем с расходом не более 100 см/мин в течение 2-3 сут.

В мерный цилиндр отбирают твердый носитель из расчета 7 см на один концентратор, взвешивают его и триэтиленгликоль (около 30% от массы носителя) на технических весах. Растворяют триэтиленгликоль растворителем с объемом, равным объему твердого носителя. В полученный раствор всыпают носитель, перемешивают, испаряют растворитель и высушивают массу при 35-50 °С в течение 2-3 ч. Полученной массой наполняют концентратор. Поверх слоя носителя укладывают слой стекловолокна толщиной 8-12 мм. Концентратор продувают при комнатной температуре азотом с расходом не более 100 см/мин в течение 5-8 ч.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3.2.2.1. Градуировка хроматографа

Объемную долю ацетилена определяют методом абсолютной градуировки, используя для этого градуировочную смесь.

Условия градуировки: температура газохроматографической колонки комнатная. Расход газа-носителя (азота) 40-60 см/мин, расход водорода 30 см/мин, расход воздуха 150 см/мин, объем дозы 1 см.

Площадь пика пропана на хроматограмме градуировочной смеси вычисляют как среднее значение не менее чем из трех параллельных определений. Градуировочную характеристику хроматографа проверяют 1 раз в месяц.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.3.2.2.2. Отбор пробы

Пробу жидкого кислорода отбирают в пробоотборник (см. черт.7), предварительно охлажденный жидким кислородом. Охлажденный пробоотборник погружают в сосуд Дьюара (см. черт.8) с анализируемым жидким кислородом. При этом жидкость поступает в пробоотборник через центральную трубку.

Отбирают около 2,5 см жидкого кислорода. Затем, не вынимая пробоотборник из жидкого кислорода, присоединяют к нему охлажденный концентратор.

Во избежание конденсации кислорода в концентраторе для его охлаждения используют футляр (см. черт.9), который погружают в сосуд Дьюара с жидким кислородом. Через 5 мин в футляр вводят концентратор. Охлаждение концентратора заканчивают через 5-10 мин, после чего его соединяют с пробоотборником и газовым счетчиком, как показано на черт.10. Глубина погружения футляра в жидкий кислород должна быть не менее 200 мм. Центральную трубку пробоотборника предварительно закрывают резиновой трубкой с зажимом. Затем пробоотборник помещают в сосуд со стекловолокном, охлажденным жидким кислородом, где происходит испарение пробы жидкого кислорода. Расход газа через концентратор не должен превышать 300-350 см/мин.

## Черт.10

Установка для концентрирования ацетилена из пробы жидкого кислорода



1 - баллон с азотом; 2 - редуктор; 3 - зажимы; 4 - реометр; 5 - пробоотборник жидкого кислорода;
6 - стеклянная вата; 7 - сосуд Дьюара с жидким кислородом; 8 - футляр;
9 - концентратор; 10 - газовый счетчик

Черт.10

Закончив испарение пробы, отогревают пробоотборник до комнатной температуры в потоке азота. Расход азота не должен превышать 200 см/мин.

Концентратор отсоединяют, перекрывают его концы резиновой трубкой и переносят к хроматографу, не вынимая из жидкого кислорода.

3.3.2.3. Проведение анализа

Присоединяют концентратор к кранам хроматографа для ввода пробы, расположенным на линии газа-носителя, и продувают концентратор газом-носителем в течение 3 мин.

Заменяют сосуд Дьюара с жидким кислородом сосудом с водой комнатной температуры. Включают секундомер. Записывают хроматограмму, отмечая время появления максимумов пиков. Температура газохроматографической колонки и расходы газа-носителя (азота), водорода и воздуха должны быть идентичны принятым при градуировке.

3.3.2.4. Обработка результатов

Объемную долю ацетилена () в миллионных долях вычисляют по формуле

,

где  - объемная доля пропана в градуировочной смеси, млн;

 - объем градуировочной смеси при градуировке хроматографа, см;

 - число атомов углерода в молекуле пропана;

 - площадь пика ацетилена на хроматограмме анализируемого кислорода, мм;

 - площадь пика пропана на хроматограмме градуировочной смеси, мм;

 - число атомов углерода в молекуле ацетилена;

 - объем пробы жидкого кислорода, см;

 - объем газообразного кислорода в кубических сантиметрах, образующийся при испарении 1 см жидкого кислорода.

Объем ацетилена в 1 дм жидкого кислорода в см при нормальных условиях равен .

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если на хроматограмме отсутствует пик ацетилена, что свидетельствует об отсутствии ацетилена в пробе жидкого кислорода.

При разногласиях в оценке содержания ацетилена анализ проводят конденсационно-колориметрическим методом.

(Измененная редакция, Из

м. N 1, 2).

3.4. Определение объема двуокиси углерода

3.4.1. Аппаратура и реактивы

Установка для определения двуокиси углерода (черт.11), включающая стеклянный испаритель (см. черт.4) или колбу П-2-500-34 ТС по ГОСТ 25336, змеевиковый конденсатор (см. черт.5), сосуд Дьюара стеклянный вместимостью 500 см и абсорбер (см. черт.12) или склянка для промывания газов типа СН-1-100 или СН-2-100 по ГОСТ 25336.

## Черт.11

Установка для определения двуокиси углерода



1 - зажим; 2 - резиновая трубка; 3 - испаритель; 4 - змеевиковый конденсатор;
5 - сосуд Дьюара с жидким кислородом; 6 - абсорбер

Черт.11

## Черт.12

Абсорбер



Черт.12

Азот газообразный по ГОСТ 9293, дополнительно очищенный от углекислоты.

Бюретка вместимостью 25 или 50 см с ценой деления 0,1 см.

Колба типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер механический.

Реометр РКС-1-1 по ГОСТ 9932.

Барий хлористый по ГОСТ 4108.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107, раствор концентрации  (1/2 Ва(ОН))=0,01 моль/дм(0,01 н.), готовят следующим образом: 1,75 г гидрата окиси бария и 0,35 г хлористого бария растворяют в 200-300 см горячей воды, очищенной от углекислоты, в мерной колбе вместимостью 1000 см; охлажденный раствор доводят водой до метки и фильтруют в токе азота, очищенного от углекислоты. Раствор должен быть защищен от доступа воздуха.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно очищенная от углекислоты по ГОСТ 4517 следующим образом. Воду нагревают и кипятят в течение 30 мин до выделения крупных пузырей. Воду хранят в колбе, закрытой пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, соединенная с промывной склянкой с раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия для защиты от углекислоты из атмосферного воздуха.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись, раствор с массовой долей 20%.

Кислота соляная, раствор концентрации  (НСl)=0,01 моль/дм (0,01 н.), готовят из фиксанала соляной кислоты.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высший сорт, раствор с массовой долей 60%.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.

(Измененная редакция, Изм. N 2,

3).

3.4.2. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа определяют концентрацию гидрата окиси бария (контрольная проба). Для этого отбирают в абсорбер 20 см раствора и титруют в токе азота раствором соляной кислоты в присутствии раствора фенолфталеина.

3.4.3. Проведение анализа

К короткой трубке испарителя присоединяют змеевиковый конденсатор. По длинной трубке в испаритель вводят газообразный азот и продувают установку в течение 5-10 мин. Затем, не прекращая тока азота, охлаждают испаритель жидким кислородом, а конденсатор погружают в сосуд Дьюара с жидким кислородом. Охлажденную систему продувают в течение 5-10 мин. Затем вливают в испаритель 250 см анализируемого жидкого кислорода. Плотно закрывают испаритель и зажим на длинной трубке.

Пробу жидкого кислорода испаряют в течение 1,5-2 ч. При этом конденсатор должен быть полностью погружен в жидкий кислород. Двуокись углерода из пробы жидкого кислорода испаряется и затем вымораживается в конденсаторе.

После испарения всей жидкости испаритель отогревают до комнатной температуры, и, открыв зажим, продувают установку слабым током азота в течение 4-5 мин. Затем, не изменяя скорости азота, присоединяют к конденсатору абсорбер, в который предварительно вливают 20 см раствора гидрата окиси бария. Абсорбер разрешается заменить тремя склянками для промывания газов типа СН по ГОСТ 25336 вместимостью не более 100 см; в каждую из склянок вливают по 20 см раствора гидрата окиси бария.

Не прекращая тока азота, медленно вынимают конденсатор из сосуда Дьюара, отогревают его до комнатной температуры и дополнительно продувают установку азотом в течение 5-8 мин.

После этого раствор в абсорбере (или в склянках) титруют в токе азота соляной кислотой в присутствии 2-3 капель раствора фенолфталеина.

3.4.4. Обработка результатов

Объем двуокиси углерода () в кубических сантиметрах в 1 дм жидкого кислорода вычисляют по формуле

,

где  - объем соляной кислоты, израсходованный на титрование контрольной пробы, см;

 - объем соляной кислоты, израсходованный на титрование остатка гидрата окиси бария в абсорбере, см;

0,12 - объем двуокиси углерода, эквивалентный 1 см раствора гидрата окиси бария концентрации  (1/2 Ва(ОН)=0,01 моль/дм, см;

4 - коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм жидкого кислорода, равный 1000:250.

Примеча

ния:

1. 1 см раствора гидрата окиси бария концентрации  (1/2 Ва(ОН))=0,01 моль/дмэквивалентен см двуокиси углерода, т.е. 0,12 см

.

2. При использовании трех поглотительных склянок объем двуокиси углерода вычисляют для каждой склянки; полученные результаты суммируют и умножают на коэффициент пересчета (4).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать допускаемое расхождение, равное 10%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25% при доверительной вероятности =0,95.

Допускается определять объемную долю двуокиси углерода хроматографическим методом, приведенным в приложении 1.

При разногласиях в оценке объема двуокиси углерода анализ проводят титриметрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.5. Определение содержания масла

3.5.1. Аппаратура и реактивы

Колба типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см.

Микробюретки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см.

Пипетки вместимостью 10 см.

Пробирки П1-14-120 ХС по ГОСТ 25336.

Часы песочные на 5 мин.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Эфир этиловый.

Латекс полистирола, раствор; готовят следующим образом: точно 0,2 см латекса полистирола растворяют в 250 см воды; 1 см раствора соответствует 0,05 мг масла. Латекс полистирола хранят в склянке с притертой пробкой при температуре от плюс 10 до плюс 20 °С. Срок годности 6 мес.

Образцовые растворы нефелометрической шкалы готовят в соответствии с табл.4.

Таблица 4

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
| Характеристика образцового раствора | Номер образцового раствора |
|  | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Объем раствора латекса полистирола, см | 0 | 0,2 | 0,4 | 1 | 2 | 4 | 8 |
| Объем воды, см | 8 | 7,8 | 7,6 | 7 | 6 | 4 | 0 |
| Мутность соответствует массовой концентрации масла, миллиграммы в 1 дм жидкого кислорода | 0 | 0,01 | 0,02 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,4 |

Пробирки с образцовыми растворами закрывают резиновыми пробками и заливают менделеевской замазкой или сургучом. Срок годности образцовых растворов - 3 мес.

Допускается применение масляной нефелометрической шкалы, приготовленной в соответствии с ОСТ 26-04-2574 "Газы, криоптопродукты, вода. Методы определения содержания минеральных масел".

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

3.5.2. Проведение анализа

В сухую обезжиренную колбу вливают 1 дм кислорода. Медленно испаряют кислород и отогревают колбу до комнатной температуры. Вливают в колбу последовательно 2 смэтилового эфира и 2 смуксусной кислоты. Смывают масло со дна и стенок колбы эфиром и выливают полученный раствор в пробирку для анализа. К раствору в пробирке добавляют 5 смводы.

При наличии масла в растворе образуется эмульсия. Через 5 мин сравнивают на темном фоне раствор в пробирке для анализа с образцовыми растворами и подбирают раствор равной мутности.

Массовая концентрация масла () в миллиграммах в 1 дм жидкого кислорода соответствует содержанию масла в выбранном образцовом растворе.

Кислород считают соответствующим настоящему стандарту, если анализируемый раствор в пробирке остается прозрачным и соответствует нулевому образцовому раствору, что свидетельствует об отсутствии масла в анализируемой пробе.

3.5.3. Допускается определять содержание масла в жидком кислороде люминесцентным методом, используя различные типы люминесцентных приборов с пороговой чувствительностью не выше 0,01 мг/дм.

Люминесцентный метод основан на способности минеральных масел люминесцировать под действием ультрафиолетового излучения; интенсивность флуоресценции измеряют специальными приборами.

Анализ проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

При разногласиях в оценке содержания масла анализ проводят нефелометрическим методом.

(Введен дополнительно, Изм. N 3).

3.6. Определение содержания окиси углерода

3.6.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура для отбора пробы:

пробоотборник жидкого кислорода (см. черт.7);

сосуд Дьюара стеклянный непосеребренный вместимостью 0,5 см (см. черт.8);

сосуд Дьюара, стеклянный вместимостью 0,5 дм;

склянка 4-10 по ГОСТ 25336 (газометр);

склянка 3-0,3 по ГОСТ 25336 (уравнительная склянка).

Пипетка с делениями вместимостью 1 см.

Склянка для промывания газов типа СП по ГОСТ 25336 вместимостью не более 100 см.

Прибор для отбора и хранения проб газа по ГОСТ 18954 вместимостью 3 дм.

Цилиндр измерительный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер механический.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, аммиачный раствор с массовой долей 5%; готовят следующим образом: 5 г азотнокислого серебра растворяют в 100 см воды. К раствору добавляют по каплям при постоянном помешивании раствор аммиака, пока осадок не будет почти (но не полностью) растворен. Раствор фильтруют и хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла в защищенном от света месте.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3)

.

3.6.2. Подготовка к анализу

Содержание окиси углерода в жидком медицинском кислороде определяют после его испарения. Для этого отбирают в охлажденный пробоотборник около 7-8 см жидкого кислорода.

К пробоотборнику присоединяют уравнительную склянку с раствором хлористого натрия, как показано на черт.13. Закрыв зажим, испаряют пробу жидкого кислорода в газометр, наполненный насыщенным раствором хлористого натрия. После полного испарения пробы жидкого кислорода открывают зажимы и вытесняют с помощью уравнительной склянки остаток газа из пробоотборника в газометр раствором хлористого натрия.

## Черт.13

Установка для испарения пробы жидкого кислорода



1 - сосуд Дьюара; 2 - пробоотборник; 3 - зажим; 4 - резиновая трубка; 5 - уравнительная склянка

Черт.13

Через 30 мин из газометра отбирают кислород для проведения анализа. Для вытеснения остатка газов в газометр вместо раствора хлористого натрия можно пользоваться чистым газообразным азотом. При этом пробоотборник продувают азотом в количестве не более 100 см.

Анализ проводят в склянке для промывания газов. В склянку вливают поглотительный раствор. Объем кислорода, пропущенного через поглотительный раствор, измеряют с помощью газометра или прибора для отбора проб газа, присоединенного к склянке на выходе газа.

3.6.3. Проведение анализа

2000 см кислорода пропускают в течение 30-35 мин через склянку со 100 см слабо нагретого аммиачного раствора азотнокислого серебра.

Кислород считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если раствор остается бесцветным и прозрачным, что свидетельствует об отсутствии окиси углерода в анализируемой пробе.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.6.4. Содержание окиси углерода допускается определять линейно-колористическим методом. Анализ выполняется с помощью химического газоопределителя ГХ-4 (ГХ-4АМ-3) или универсального переносного газоанализатора УГ-2 и индикаторной трубки на окись углерода.

С помощью газоанализатора ГХ-4 просасывают через индикаторную трубку 1000 смкислорода, с помощью газоанализатора УГ-2 - 220 см кислорода.

Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если индикаторный порошок не окрашивается.

Пороговая чувствительность метода 0,0005%.

При разногласиях в оценке содержания окиси углерода анализ проводят с применением аммиачного раствора азотнокислого серебра.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

3.7. Определение содержания газообразных кислот и оснований

3.7.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура - по п.3.6.1.

Вода дистиллированная, дополнительно очищенная от углекислоты по п.3.4.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации  (НСl) = 0,01 моль/дм (0,01 н.).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,2%; готовят растворением 0,2 г метилового красного в 100 см этилового спирта с массовой долей 60%.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, раствор с массовой долей 60%.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.7.2 Подготовка к анализу - по п.3.6.2.

3.7.3. Проведение анализа

В три пронумерованные склянки для промывания газов наливают по 100 см воды и добавляют в каждую из них по 3-4 капли раствора метилового красного. Затем в склянку N 2 пипеткой вводят 0,2 см, в склянку N 3 - 0,4 см раствора соляной кислоты.

Через раствор в склянке N 2 пропускают 2000 см кислорода в течение 30-35 мин. Сравнивают окраску раствора в склянке N 2 с окраской растворов в склянках N 1 и 3.

Пороговая чувствительность метода соответствует 0,001 г/моля газообразной кислоты или газообразного основания в 1 м кислорода.

Кислород считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по содержанию газообразных оснований, если окраска раствора в склянке N 2 сохраняет розовый цвет в отличие от раствора в склянке N 1, окрашенного в желтый цвет, и соответствующим по содержанию газообразных кислот, если розовая окраска раствора в склянке N 2 будет слабее, чем в склянке N 3.

3.8. Определение содержания озона и других газов-окислителей

3.8.1. Аппаратура и реактивы

Аппаратура - по п.3.6.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Смешанный раствор крахмала и йодистого калия; готовят следующим образом: 0,5 г йодистого калия растворяют при нагревании в 95 см воды; 0,5 г крахмала размешивают в 5 см холодной воды. Смесь медленно вливают при помешивании в кипящий раствор йодистого калия и кипятят 2-3 мин.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

3.8.2. Подготовка к анализу - по п.3.6.2.

3.8.3. Проведение анализа

2000 см кислорода пропускают в течение 30-35 мин через склянку для промывания газов, в которую налито 100 см свежеприготовленного смешанного раствора крахмала и йодистого калия и прибавлена одна капля уксусной кислоты.

Кислород считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если раствор остается бесцветным, что свидетельствует об отсутствии озона и газов-окислителей в анализируемой пробе.

3.9. Определение содержания механических примесей и влаги

3.9.1. Анализ проводят в пробе кислорода, отобранной для определения масла. После испарения 1000 см кислорода отогревают колбу до комнатной температуры и осматривают внутреннюю поверхность колбы. На поверхности колбы не должно быть твердых частиц и капель воды.

3.10. Определение запаха

3.10.1. Запах определяют органолептически. Продукт считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если после испарения пробы кислорода, отобранной для определения масла, в колбе не будет запаха.

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение жидкого технического и медицинского кислорода - по ГОСТ 26460.

Технический и медицинский жидкий кислород относится к классу 2, подклассу 2.1, классификационный шифр - 2125, номера чертежей знака опасности - 2 и 5 в соответствии с ГОСТ 19433; серийный номер ООН - 1073.

(Измененная редакция, Изм. N 2, 3).

## 5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Жидкий кислород не токсичен, не горюч и не взрывоопасен, однако, являясь сильным окислителем, резко увеличивает способность других материалов к горению. Ряд материалов (дерево, бумага, асфальт, уголь и др.), пропитанных жидким кислородом, способны детонировать. Поэтому для работы в контакте с кислородом могут использоваться только разрешенные для этого материалы.

5.2. Жидкий кислород при попадании на открытые участки кожи вызывает обмораживание, а также поражает слизистую оболочку глаз. Отбор проб жидкого кислорода необходимо производить в защитных очках и брезентовых рукавицах.

5.3. Технология работы с жидким кислородом должна исключать возможность неконтролируемого накопления в нем органических и других горючих веществ.

5.4. Слив жидкого кислорода должен производиться в специально отведенных местах, имеющих покрытия, не содержащие органических материалов.

В местах возможных утечек или проливов жидкого кислорода также не должно быть покрытий, содержащих органические материалы.

5.5. Объемная доля кислорода в воздухе рабочей зоны не должна превышать 23%. При проливах или утечках жидкого кислорода возможно появление зон с повышенным содержанием кислорода, что создает опасность возникновения пожаров. Эти зоны должны быть обозначены специальным предупредительным знаком, в них должно быть ограничено пребывание людей и не должны находиться легковоспламеняемые материалы. Если эти зоны находятся в закрытых помещениях, они должны быть оборудованы средствами контроля воздушной среды и автоматически включаемой вентиляцией для проветривания.

5.6. Перед проведением ремонтных работ или освидетельствованием бывшей в эксплуатации транспортной или стационарной емкости жидкого кислорода ее необходимо отогреть до температуры окружающей среды и продуть воздухом. Разрешается начинать работы после снижения объемной доли кислорода внутри емкости до 23%.

5.7. После пребывания в среде, обогащенной кислородом, не разрешается курить, использовать открытый огонь и приближаться к огню. Одежда должна быть проветрена в течение 30 мин.

5.8. Цистерны, наполненные кислородом, при перевозке должны быть закреплены так, чтобы они не перемещались и не подвергались ударам; криогенные сосуды должны транспортироваться в вертикальном положении.

5.9. Транспортные устройства, используемые для перевозок цистерн и криогенных сосудов, должны быть чистыми и безопасными в пожарном отношении. Запрещается перевозить наполненные кислородом цистерны и криогенные сосуды вместе с жировыми веществами.

5.10. При загорании вагонов или других передвижных средств необходимо не допустить разогревания цистерны, наполненной кислородом, путем ее усиленного охлаждения водой и принять меры к изоляции цистерны от горящих объектов железнодорожного состава и ее откатке в безопасное место.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (обязательное). ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ УГЛЕРОДА

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

1. Аппаратура, реактивы и материалы

Хроматограф с детектором по теплопроводности с порогом чувствительности по пропану при газе-носителе гелии не выше 2·10 мг/см и газохроматографической колонкой длиной 1,4 м, наполненной активным углем.

Концентратор - U-образная трубка из коррозионностойкой стали 6х1 мм, длиной 500 мм, наполненная измельченным лабораторным стеклом. К концентратору присоединен серповидный двухходовой кран с четырьмя отростками.

Пробоотборник специальной конструкции, предназначенный для отбора непосредственно из цистерны и последующего испарения пробы жидкого кислорода в количестве 2,5-3,0 см без доступа воздуха.

Остальная аппаратура - по п.3.3.2.1 настоящего стандарта.

Гелий газообразный очищенный с объемной долей двуокиси углерода не более 0,0002%.

Инертный газ (азот, гелий) с объемной долей двуокиси углерода не более 0,1 млн.

Уголь активный марки СКТ, фракция с частицами размером 0,2-0,5 мм, высушенный при 150 °С в течение 4 ч.

Стекло лабораторное, измельченное в фарфоровой ступке. Фракцию с частицами размером 0,2-0,5 мм промывают горячей дистиллированной водой и высушивают при 150 °С в течение 4 ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Эфир этиловый.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 5%.

Сетка медная диаметром отверстий 0,1-0,15 мм.

Смесь поверочная газовая двуокись углерода в азоте ГСО N 3750-87 с объемной долей СО300 млн или N 3754-87 с объемной долей СО 0,100% по Госреестру.

Шприцы медицинские инъекционные типа Рекорд по ГОСТ 22967 вместимостью 2, 5, 10 см.

Секундомер механический.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3

).

2. Подготовка к анализу

Газохроматографическую колонку и концентратор промывают эфиром, затем раствором соляной кислоты и водой (до нейтральной среды), после чего высушивают в сушильном шкафу при 100 °С с одновременной продувкой гелием в течение 30 мин.

Колонку наполняют активным углем; поверх слоя угля с обеих сторон вкладывают медную сетку. Затем колонку укрепляют в хроматографе и дополнительно высушивают при 150 °С в течение 8 ч в токе газа-носителя (гелия) с расходом 30 см/мин.

Концентратор наполняют измельченным стеклом; поверх слоя стекла с обеих сторон кладут медную сетку.

3. Градуировка хроматографа

Объемную долю двуокиси углерода определяют методом абсолютной градуировки,используя для этого поверочную газовую смесь.

Условия градуировки: температура газохроматографической колонки 150 °С; расход газа-носителя (гелия) 30 см/мин. Дозы смеси от 2 до 10 см.

Присоединяют концентратор с помощью коротких вакуумных трубок к хроматографу вместо сменной дозы и продувают его гелием в течение 1 мин. Затем, не прекращая тока гелия, помещают концентратор на 3 мин в футляр, предварительно охлажденный погружением в жидкий кислород на 10 мин. В поток газа-носителя до концентратора вводят с помощью шприца дозу смеси. Через 2 мин концентратор перемещают в сосуд с водой с температурой не ниже 20 °С и записывают хроматограмму десорбированного газа.

Повторяют градуировку для данной дозы смеси еще два раза и вычисляют среднюю высоту пика двуокиси углерода из трех определений.

По результатам градуировки, полученном из трех-пяти анализов смеси с объемом доз от 2 до 10 см, строят градуировочный график зависимости высоты пика двуокиси углерода в миллиметрах, приведенной к чувствительности регистратора (масштабу) M1, от объема двуокиси углерода в кубических сантиметрах в каждой дозе. Градуировочный график изображен на чертеже.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4. Отбор пробы

Присоединяют к крану концентратора газовый счетчик и продувают концентратор, отростки и проходы крана не менее чем десятикратным объемом инертного газа, очищенного от двуокиси углерода, до полного удаления воздуха. После этого кран концентратора соединяют с пробоотборником, в который предварительно отбирают 2-3 см жидкого кислорода.

Охлаждают концентратор с помощью футляра, погруженного в жидкий кислород, по п.3.3.2.2.2 настоящего стандарта и пропускают через охлажденный концентратор 2,5-3 дмгазообразного кислорода, образующегося в пробоотборнике при испарении пробы жидкого кислорода. Объем газа измеряют по показаниям газового счетчика.

Закончив отбор пробы, закрывают кран концентратора и переносят его к хроматографу, не вынимая из жидкого кислорода.

5. Проведение анализа - по п.3.3.2.3 настоящего стандарта.

Перед присоединением концентратора к хроматографу продувают отростки и проход в кране концентратора инертным газом.

Расход газа-носителя (гелия), температура газохроматографической колонки и ток питания детектора должны быть идентичны принятым при градуировке. Чувствительность регистратора - максимальная для данного типа хроматографа. Температура воды, используемой для отогревания концентратора, не ниже 20 °С.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

6. Обработка результатов

Объемную долю двуокиси углерода () в миллионных долях вычисляют по формуле

,

где  - объем двуокиси углерода по градуировочному графику, соответствующий высоте пика двуокиси углерода на хроматограмме анализируемого кислорода, см;

 - чувствительность регистратора при записи пика двуокиси углерода на хроматограмме кислорода;

 - объем газообразного кислорода, пропущенный через концентратор, дм;

1000 - количество литров в 1 м газа.

Объем двуокиси углерода в 1 дм жидкого кислорода в см при нормальных условиях равен  , где 860 - объем газообразного кислорода в дм при нормальных условиях, образующегося при испарении 1 дмжидкого кислорода.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать допускаемое расхождение, равное 15%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±25% при доверительной вероятности =0,95.

## Градуировочный график хроматографа по двуокиси углерода



(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (справочное). РАСЧЕТ МАССЫ ЖИДКОГО КИСЛОРОДА В ЦИСТЕРНАХ

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

Массу жидкого кислорода, отпускаемого потребителю в цистернах, определяют по указателю уровня жидкого кислорода (УЖК) или взвешиванием в тоннах.

Для перевода массы жидкого кислорода в кубические метры газообразного кислорода при нормальных условиях по ГОСТ 2939 [давление 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), температура 293 К (20 °С)] пользуются формулой

,

где  - масса жидкого кислорода, т;

1,33 - плотность газообразного кислорода при нормальных условиях, кг/м.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).