

## Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л11

**Изменение № 3 ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 03.04.91 № 427

Дата введения 01.10.91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта дополнить обозначением: **(ИСО 2435—73)**.

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «глубокого охлаждения» на «низкотемпературной ректификации»;

восьмой абзац. Заменить дату: 1971 г. на 1985 г;

девятый абзац исключить.

Пункт 1.1. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

*(Продолжение см. с. 104)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 9293—74)

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для марки газообразного и жидкого азота					
	особой чистоты		повышенной чистоты		технического	
	1-й сорт	2-й сорт	1-й сорт	2-й сорт	1-й сорт	2-й сорт
1. Объемная доля азота, %, не менее	99,999	99,996	99,99	99,95	99,6	99,0
2. Объемная доля кислорода, %, не более	0,0005	0,001	0,001	0,05	0,4	1,0
3. Объемная доля водяного пара в газообразном азоте, %, не более	0,0007	0,0007	0,0015	0,004	0,009	Выдерживает испытание по п. 3.6
4. Содержание масла в газообразном азоте	Не определяется		Выдерживает испытание по п. 3.7			
5. Содержание масла, механических примесей и влаги в жидком азоте	Выдерживает испытание по п. 3.8					
6. Объемная доля водорода, %, не более	0,0002	0,001	Не нормируется			
7. Объемная доля суммы углеродсодержащих соединений в пересчете на $CН_4$ , %, не более	0,0003	0,001	Не нормируется			

(Продолжение см. с. 105)

Примечания 2—4 изложить в новой редакции:

«2. По согласованию с потребителем в техническом газообразном азоте 1-го сорта, транспортируемом по трубопроводу, допускается объемная доля водяного пара более 0,009 %.

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

4. Газообразный технический азот, предназначенный для авиации, следует выпускать с объемной долей водяного пара не более 0,003 %. Для остальных показателей нормы должны быть не ниже соответствующих норм для технического азота 2-го сорта».

Пункт 1.2. Таблицу 1а изложить в новой редакции:

Таблица 1а

Наименование продукта	Код ОКП
<b>Азот газообразный технический компримированный:</b>	
первый сорт	21 1412 0100
второй сорт	21 1412 0130
второй сорт	21 1412 0140
<b>Азот газообразный технический несжатый:</b>	
первый сорт	21 1412 0300
второй сорт	21 1412 0330
второй сорт	21 1412 0340
<b>Азот жидкий технический:</b>	
первый сорт	21 1412 0200
второй сорт	21 1412 0230
второй сорт	21 1412 0240
<b>Азот газообразный особой чистоты:</b>	
первый сорт	21 1412 0400
второй сорт	21 1412 0430
второй сорт	21 1412 0440
<b>Азот жидкий особой чистоты:</b>	
первый сорт	21 1412 0500
второй сорт	21 1412 0530
второй сорт	21 1412 0540
<b>Азот газообразный повышенной чистоты:</b>	
первый сорт	21 1412 0700
второй сорт	21 1412 0730
второй сорт	21 1412 0740
<b>Азот жидкий повышенной чистоты:</b>	
первый сорт	21 1412 0800
второй сорт	21 1412 0830
второй сорт	21 1412 0840

Пункт 3.1.1. Первый абзац после слов «при давлении» изложить в новой редакции: «(14,7±0,5) МПа [(150±5) кгс/см<sup>2</sup>] или (19,6±1,0) МПа [(200±10) кгс/см<sup>2</sup>]»;

четвертый абзац. Заменить слова: «массовой концентрации» на «объемной доли».

Пункт 3.1.2. Первый абзац. Исключить слова «по ГОСТ 16024—79».

Пункт 3.2. Формула. Исключить значение: 0,1335;

экспликация. Второй абзац изложить в новой редакции:

« $X_2$  — объемная доля водяного пара, %»;

пятый абзац исключить;

примечание изложить в новой редакции: «Примечание. При определении объемной доли азота в газообразном техническом азоте 1-го сорта объемную долю водяного пара не учитывают».

Пункт 3.3.1 дополнить абзацами (после второго):

«пипетка 2—1—10 по ГОСТ 20292—74 или других типов вместимостью 10 см<sup>3</sup>»;

пипетка 2—1—25 по ГОСТ 20292—74 или других типов вместимостью 25 см<sup>3</sup>;

пипетка 1—1—2 по ГОСТ 20292—74 или других типов вместимостью 2 см<sup>3</sup>;

цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац. Исключить слова: «с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г»;

четвертый абзац. Заменить слова: «25 и 4 %-ный растворы» на «растворы с массовой долей 25 и 4 %»;

девятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»;

двенадцатый—четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации с (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Проволока медная круглая электротехническая типа ММ, диаметром 0,8—2,5 мм»;

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: «медь однохлористая по ГОСТ 4164—79»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «25 %-ного раствора аммиака» на «раствора аммиака с массовой долей 25 %»;

восемнадцатый абзац. Исключить слова: «взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г и»;

девятнадцатый абзац. Экспликация к формуле. Первый абзац изложить в новой редакции: «V<sub>1</sub> — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, см<sup>3</sup>»;

двадцатый абзац. Заменить слова: «4 %-ным раствором аммиака» на «раствором аммиака с массовой долей 4 %»;

таблица 2. Заменить слова: «Объем точно 0,05 М раствора серникой меди, см<sup>3</sup>» на «Объем раствора серникой меди концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, см<sup>3</sup>» (2 раза)»;

примечание. Первый абзац изложить в новой редакции: «Объем кислорода, эквивалентный 1 см<sup>3</sup> раствора серникой меди концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, равен

$$\frac{0,05}{1000} \cdot \frac{11200}{2} \cdot \frac{293}{273} = 0,300 \text{ см}^3 \text{ при } 20 \text{ }^\circ\text{C и } 101,3 \text{ кПа (760 мм рт. ст.)}.$$

Пункт 3.3.3. Последний абзац исключить.

Пункт 3.3.4. Исключить абзац (после экспликации к первой формуле);

абзац перед табл. 3 изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать допускаемое расхождение, равное 15 %».

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 30$  % при доверительной вероятности 0,95»;

первый абзац после табл. 3. Заменить значение:  $\pm 10$  на 10;

предпоследний абзац после слова «электролитом» дополнить словами: «с относительной погрешностью измерений не выше 10 %».

Пункт 3.4.1. Второй абзац. Исключить слова: «взвешенного с погрешностью не более 0,01 г»; заменить слова: «37 %-ного водного раствора гидроокиси калия» на «водного раствора гидроокиси калия с массовой долей 37 %»;

третий абзац. Заменить слова: «37 %-ный водный раствор» на «водный раствор с массовой долей 37 %»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «газоанализатор химический типа КГА»;

одиннадцатый абзац. Исключить слова: «с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 107)

**«3.4.2. Проведение анализа»**

Анализ на приборе типа КГА проводят по ГОСТ 5439—76, при этом используют один поглотительный сосуд, заполненный щелочным раствором пиросаллола».

Пункт 3.4.3. Второй абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное **0,2%**».

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,2\%$  при доверительной вероятности 0,95»;

предпоследний абзац. Заменить значение:  $\pm 10$  отн. % на 10% отн.

Пункт 3.5 изложить в новой редакции:

**«3.5. Определение объемной доли водяного пара в газообразном азоте»**

**3.5.1. Аппаратура**

Влагомеры газов кулонометрические, рассчитанные на измерение микроконцентраций водяного пара (типа «Байкал-3» и др.), с относительной погрешностью измерения не выше 10% в области измерений от 0 до 20 млн<sup>-1</sup> (ppm) и не выше 5% при более высоких концентрациях.

**3.5.2. Проведение анализа**

Кулонометрический метод основан на непрерывном количественном извлечении водяного пара из испытуемого газа гигроскопичным веществом и одновременном электролитическом разложении извлекаемой воды на водород и кислород, при этом ток электролиза является мерой концентрации водяного пара.

Прибор соединяют с точкой отбора трубкой из нержавеющей стали. Расход газа устанавливают ( $50 \pm 1$ ) см<sup>3</sup>/мин. Переключатель диапазонов измерения устанавливают так, чтобы показания прибора были в пределах второй трети измерительной шкалы, градуированной в миллионных долях (ppm). Ток электролиза измеряется микроамперметром.

Температура баллона с анализируемым газом должна быть не ниже 15 °С. Анализ проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

**3.5.3. Обработка результатов**

Объемную долю водяного пара ( $X_3$ ) в млн<sup>-1</sup> определяют в соответствии с установившимися показаниями прибора.

Допускается определять объемную долю водяного пара конденсационным методом, приведенным в приложении 1.

При разногласиях в оценке объемной доли водяного пара анализ проводят кулонометрическим методом».

Пункт 3.7.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«реометр типа РДС по ГОСТ 9932—75 или счетчик газовый барабанный типа РГ-700»;

пятый абзац исключить.

Пункт 3.8.1. Первый, третий абзацы. Заменить ссылку: ГОСТ 25338—82 на ГОСТ 25336—82; четвертый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 10576—74.

Пункты 3.9, 3.10 изложить в новой редакции (чертеж 6 исключить):

**«3.9. Определение объемной доли водорода»**

**3.9.1. Аппаратура**

Многошкальные газоанализаторы с гальванической ячейкой с твердым электролитом типа «Лазурит» или другие с относительной погрешностью не выше 10%.

**3.9.2. Проведение анализа**

Принцип работы газоанализатора основан на реакции взаимодействия водорода с кислородом в реакторе при высокой температуре в присутствии катализатора, измерении с помощью кулонометрического чувствительного элемента количества образовавшейся в результате этой реакции влаги и последующем определении остаточного количества водорода с помощью твердоэлектролитного чувствительного элемента.

(Продолжение см. с. 108)

Подготовка к анализу и его проведение выполняются согласно инструкции по эксплуатации прибора.

### 3.9.3. Обработка результатов

Объемную долю водорода ( $X_3$ ) в процентах определяют в соответствии с установленными показаниями прибора.

Объемную долю водорода допускается определять газоадсорбционным хроматографическим методом с применением хроматографа с высокочувствительным детектором по теплопроводности с порогом чувствительности по водороду не выше  $0,2 \text{ млн}^{-1}$ .

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не должно превышать допускаемое расхождение, равное 15 %.

При разногласиях в оценке объемной доли водорода анализ проводят на газоанализаторе типа «Лазурит».

### 8.10. Определение объемной доли суммы углеродсодержащих соединений

Объемную долю суммы углеродсодержащих соединений в пересчете на  $\text{CH}_4$  определяют газохроматографическим методом с предварительным гидрированием окиси и двуокиси углерода.

#### 3.10.1. Аппаратура, материалы и реактивы

хроматограф с пламенно-ионизационным детектором с порогом чувствительности по пропану не выше  $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ мг/с}$ ;

реактор-трубка из нержавеющей стали диаметром от 3 до 5 мм, длиной 100—300 мм, наполненная катализатором, помещенная в печь, рассчитанную на нагревание до  $500^\circ\text{C}$ ;

вспомогательное оборудование для хроматографического анализа;

лупа измерительная по ГОСТ 25706—83,  $16\times$ , с ценой деления 1 мм;

линейка металлическая по ГОСТ 427—75;

набор сит типа СП-200 или сита аналогичного типа;

шприцы медицинские пипеточные типа Рекорд по ГОСТ 22967—90 вместимостью 1; 10  $\text{см}^3$ ;

секундомер механический;

расходомер пенный;

азот по настоящему стандарту газообразный «особой чистоты» дополнительно очищенный от углеродсодержащих соединений до объемной доли не более 0,0001 %;

водород технический по ГОСТ 3022—80 марки А и Б, дополнительно очищенный от углеродсодержащих соединений до объемной доли не более 0,0001 %;

воздух сжатый по ГОСТ 17433—80, класс загрязненности не выше 2-го;

метан газообразный чистый с объемной долей основного вещества не менее 99,6 %;

азот жидкий технический по настоящему стандарту;

никель (II) азотнокислый 6-водный по ГОСТ 4055—78;

окись меди по ГОСТ 16539—79;

ангидрон;

силикагель технический мелкопористый по ГОСТ 3956—76, фракция с частицами размером 0,5—1 мм;

цеолит синтетический  $\text{CaX}$  или  $\text{NaX}$  фракция с частицами размером от 0,25 до 0,6 мм;

смеси поверочные газовые с объемной долей метана в воздухе  $2,5 \text{ млн}^{-1}$  и  $7,5 \text{ млн}^{-1}$  — ГСО № 3896—87;  $10 \text{ млн}^{-1}$  — ГСО № 3897—87 по Госреестру;

смесь поверочная газовая с объемной долей двуокиси углерода в азоте  $15 \text{ млн}^{-1}$ ,  $20 \text{ млн}^{-1}$ ,  $25 \text{ млн}^{-1}$  — ГСО 3744—87;  $50 \text{ млн}^{-1}$  — ГСО 3746—87 по Госреестру;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

### 3.10.2. Подготовка к анализу

Устанавливают в хроматографе газохроматографическую колонку, не заполненную адсорбентом (длиной не более 1 м).

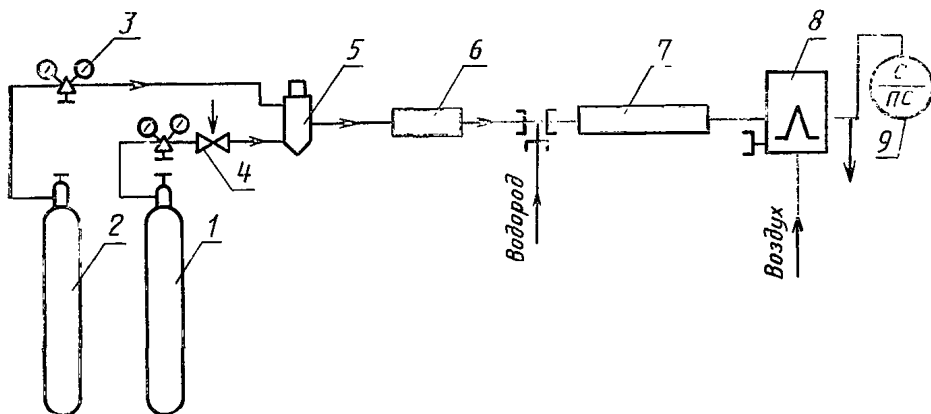
Катализатор для наполнения реактора готовят следующим образом. Высушивают силикагель при 180—200 °С в течение 4 ч в сушильном шкафу, помещают в фарфоровую чашку и заливают раствором азотнокислого никеля (на 20 г адсорбента около 10 г  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), растворенного в воде. Адсорбент должен быть полностью погружен в раствор. Избыток растворителя выпаривают. Массу прокаливают при температуре 600—800 °С до прекращения выделения окислов азота, затем охлаждают, наполняют реактор, присоединяют его к хроматографу и восстанавливают образовавшуюся окись никеля до металлического никеля в токе водорода (расход 60 см<sup>3</sup>/мин) при 400—500 °С в течение 4 ч.

Активность катализатора проверяют с помощью поверочной газовой смеси двуокиси углерода в азоте. В реакторе, присоединенном с помощью тройника к газохроматографической колонке (на выходе газа), двуокись углерода гидрируют водородом при 450—500 °С до метана. Пик метана фиксируется пламенно-ионизационным детектором. По высоте пика метана определяют объемную долю двуокиси углерода и сравнивают ее с номинальным содержанием двуокиси углерода в смеси. Допускаемое расхождение результатов — не более 5 %.

Дополнительную очистку водорода проводят в двух колонках, первая из которых наполнена ангидроном, вторая — высушенным и прокаленным синтетическим цеолитом. Вторая колонка охлаждается жидким азотом. Дополнительная очистка азота — окисью меди при температуре 700—750 °С с последующим удалением влаги и двуокиси углерода в двух колонках, как указано выше.

### 3.10.3. Градуировка хроматографа

Хроматографическую установку (черт. 5) градуируют методом абсолютной градуировки, используя для этого поверочные газовые смеси. По хроматограммам поверочных газовых смесей строят градуировочный график зависимости высоты пика метана в миллиметрах, приведенной к чувствительности регистратора М1, от объемной доли метана в процентах.



1 — баллон с анализируемым газом; 2 — баллон с газом-носителем; 3 — редуктор баллонов; 4 — вентиль тонкой регулировки; 5 — дозатор; 6 — газохроматографическая колонка; 7 — реактор; 8 — детектор пламенно-ионизационный; 9 — измерительный прибор

Черт. 5

(Продолжение см. с. 110)

Условия градуировки следующие: расход газа-носителя азота — 30—60 см<sup>3</sup>/мин, водорода — 30—40 см<sup>3</sup>/мин, воздуха — 250—300 см<sup>3</sup>/мин, доза градуировочной смеси — 1—2 см<sup>3</sup>. Чувствительность регистратора устанавливают опытным путем в зависимости от состава градуировочной смеси и типа хроматографа.

Градуировочный график строят по средним значениям высоты пиков метана, рассчитанных по результатам не менее трех параллельных определений.

Градуировку проверяют один раз в три месяца.

#### 3.10.4. Проведение анализа

Пробу анализируемого газа вводят в хроматограф с помощью дозатора. Температура реактора 450—500 °С. Расход газа-носителя, водорода и воздуха должен быть идентичен принятому при градуировке прибора.

Чувствительность регистратора выбирают такой, чтобы пик определяемой примеси был максимальным в пределах диаграммной ленты регистратора.

#### 3.10.5. Обработка результатов

Объемную долю суммы углеродсодержащих соединений в пересчете на СН<sub>4</sub> (Х<sub>4</sub>) в процентах определяют по градуировочному графику по высоте пика метана, приведенной к чувствительности регистратора М1.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 25$  % при доверительной вероятности 0,95.

Пункт 3.11. Исключить слово: «водорода»; заменить обозначение: СО<sub>2</sub> на СН<sub>4</sub>.

Пункт 4.1. Первый абзац после слов «технического азота» дополнить словами: «азота повышенной чистоты»;

последний абзац исключить.

Приложение 1. Наименование изложить в новой редакции:

«**Определение объемной доли водяного пара конденсационным методом.**»

Пункт 1. Первый, второй абзацы изложить в новой редакции:

«1. Объемную долю водяного пара определяют приборами конденсационного типа с пороговой чувствительностью не выше 1,5 млн<sup>-1</sup>.

Относительная погрешность прибора не должна превышать 10 %»;

третий абзац. Заменить слова: «водяными парами» на «водяным паром»; пятый абзац и таблицу изложить в новой редакции:

«Объемную долю водяного пара в соответствии с найденной температурой насыщения определяют по таблице.

Объемная доля водяного пара, млн <sup>-1</sup> (ppm)	Температура насыщения, °С	Объемная доля водяного пара, млн <sup>-1</sup> (ppm)	Температура насыщения, °С
2,55	—70	23,4	—54
3,44	—68	31,1	—52
4,60	—66	39,4	—50
6,10	—64	49,7	—48
8,07	—62	63,2	—46
10,6	—60	80	—44
14,0	—58	101	—42
18,3	—56	127	—40

Примечание. Объемная доля, равная 1 млн<sup>-1</sup>, соответствует 1·10<sup>-4</sup> %.

Приложение 3 исключить.

(ИУС № 6 1991 г.)