

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

Пункт 3.1.1. Первый абзац после слов «при давлении» изложить в новой редакции: « $(14,7 \pm 0,5)$ МПа [(150 ± 5) кгс/см²] или $(19,6 \pm 1,0)$ МПа [(200 ± 10) кгс/см²]»;

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 см³»;

пипетка 2—1—25 по ГОСТ 20292—74 или других типов вместимостью 25 см³;

пипетка 1—1—2 по ГОСТ 20292—74 или других типов вместимостью 2 см³;

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 серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации с $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ моль/дм³»;

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_1 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,05 моль/дм³, см³»;

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 сернокислой меди, см³» на «Объем раствора сернокислой меди концентрации точно 0,05 моль/дм³, см³» (2 раза)»;

примечание. Первый абзац изложить в новой редакции: «Объем кислорода, эквивалентный 1 см³ раствора сернокислой меди концентрации 0,05 моль/дм³, равен

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

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 ± 30 % при доверительной вероятности 0,95»;

первый абзац после табл. 3. Заменить значение: ± 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 пи-рогаллола».

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: ± 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⁻¹ (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 ± 1) см³/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⁻¹ 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.

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».

3.10. Определение объемной доли суммы углеродсодержащих соединений

Объемную долю суммы углеродсодержащих соединений в пересчете на 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°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 инъекционные типа Рекорд по ГОСТ 22967—90 вместимостью 1; 10 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;

ацетилен;

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

цеолит синтетический CaX или 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 млн^{-1} — ГСО № 3897—87 по Госреестру;

смесь поверочная газовая с объемной долей двуокиси углерода в азоте 15 млн^{-1} , 20 млн^{-1} , 25 млн^{-1} — ГСО 3744—87; 50 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).

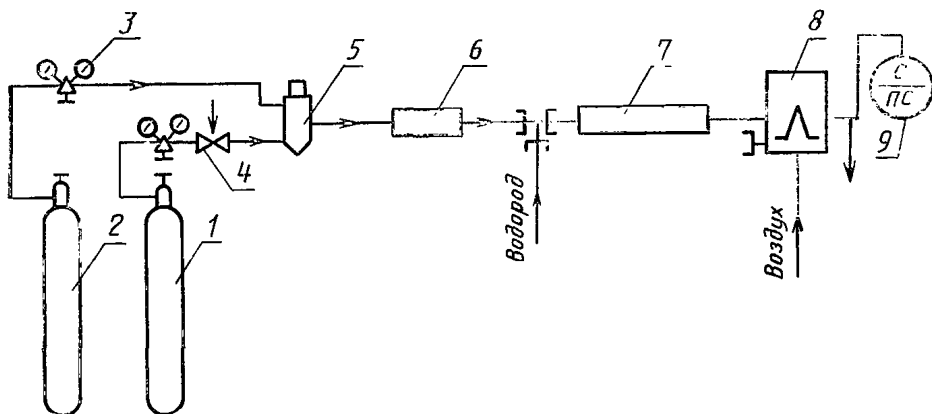
Катализатор для наполнения реактора готовят следующим образом. Высушивают силикагель при 180—200 °С в течение 4 ч в сушильном шкафу, помещают в фарфоровую чашку и заливают раствором азотнокислого никеля (на 20 г адсорбента около 10 г $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), растворенного в воде. Адсорбент должен быть полностью погружен в раствор. Избыток растворителя выпаривают. Массу прокачивают 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 см³/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 см³/мин, водорода — 30—40 см³/мин, воздуха — 250—300 см³/мин, доза градуировочной смеси — 1—2 см³. 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 СН₄ (Х₄) 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 ± 25 % при доверительной вероятности 0,95.

Пункт 3.11. Исключить слово: «водорода»; заменить обозначение: СО₂ на СН₄.

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⁻¹.

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 ⁻¹ (ppm)	Температура насыщения, °С	Объемная доля водяного пара, млн ⁻¹ (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⁻¹, соответствует 1·10⁻⁴ %.

Приложение 3 исключить.

(ИУС № 6 1991 г.)