КОНТРОЛЬНЫЙ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# КИСЛОРОД ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ И МЕДИЦИНСКИЙ

## ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

## ГОСТ 6331—78

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.937-911.4:006.354 Группа Л11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# КИСЛОРОД ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ И МЕДИЦИНСКИЙ

**Технические условия**

**ГОСТ 6331—78**

Liquid technical and medical oxygen.
Specifications

ОКП 21 1411

**Дата введения 01.01.80**

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: $O_2$.

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. № 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. № 2).**

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

Таблица 1

| Наименование показателя | Норма для марок | | |
|---|---|---|---|
| | 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 $дм^3$ жидкого кислорода, $см^3$, при 20 °С и 101,3 кПа (760 мм рт. ст.), не более | 2,0 | 3,0 | 3,0 |

**Издание официальное**
★ ○

**Перепечатка воспрещена**
© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

*Продолжение табл. 1*

| Наименование показателя | Норма для марок | | |
|---|---|---|---|
| | Технический кислород | | Медицинский кислород |
| | Первый сорт | Второй сорт | |
| | ОКП 21 1411 0330 | ОКП 21 1411 0340 | ОКП 21 1411 0400 |
| 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 $см^3/дм^3$, 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. № 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 $м^3$; 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. № 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 дм³ жидкого кислорода для охлаждения и промывки коммуникаций. Затем в криогенный сосуд наливают 5 дм³ жидкого кислорода. Далее из этого количества отбирают пробы для определения кислорода и примесей в техническом и медицинском кислороде.

**(Измененная редакция, Изм. № 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.

Установка для отбора пробы (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 дм³ воды и добавляют 1 дм³ 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. № 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.

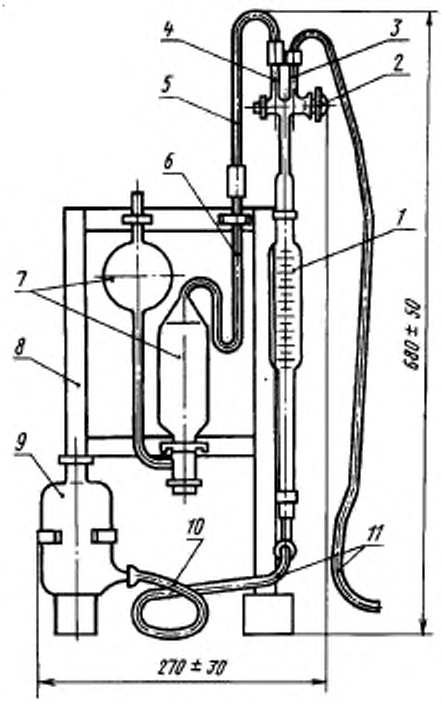
Жидкость в пипетке и бюретке прибора перемещается подъемом или опусканием уравнительной склянки с аммиачным раствором. При этом поворотом крана соединяют внутренний объем бюретки с поглотительной пипеткой или атмосферой.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.3. *Проведение анализа*

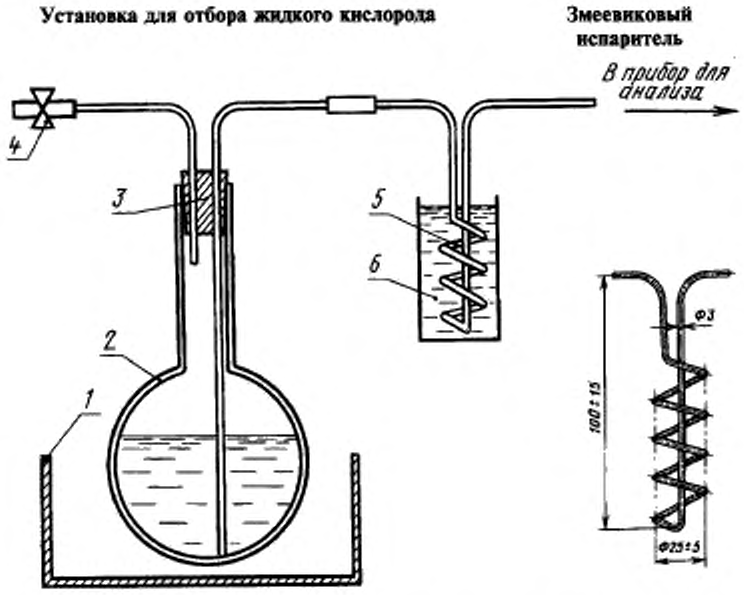
250 см³ жидкого кислорода вливают в колбу установки для отбора пробы (см. черт. 2), помещенную в ящик со шлаковой ватой, охлажденной жидким кислородом. Колбу закрывают пробкой с двумя отводными трубками. При открытом зажиме *4* присоединяют к длинной трубке змеевиковый испаритель, погруженный в сосуд с водой, нагретой до 50—60 °С. Прикрывая зажим, регулируют скорость поступления жидкого кислорода в испаритель. Через 1—2 мин присоединяют свободный конец ис-

**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




*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

Труба М3-М-3×0,5 по ГОСТ 617, длиной 500 мм

Черт. 2

парителя к прибору для анализа и отбирают в бюретку прибора газообразный кислород в количестве несколько превышающем 100 см³. 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 см³.

Деление, соответствующее уровню жидкости в бюретке, показывает объемную долю кислорода ($X$) 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 $P = 0,95$.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 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. № 2).**

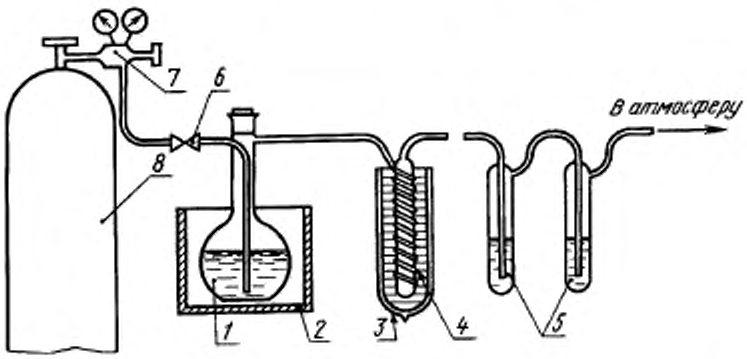
3.3. Определение содержания ацетилена

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.

**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

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

Бюретки вместимостью 50 см³.

Микробюретки вместимостью 1, 2, 5, 10 см³.

Пробирки по ГОСТ 25336 вместимостью 10 см³.

Колбы типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см³.

Колба типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

Тигель по ГОСТ 9147.

Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

Фильтр бумажный.

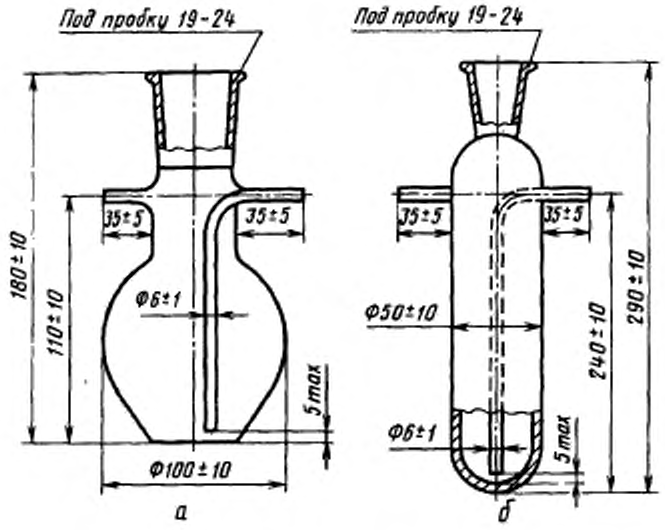
Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер механический.

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

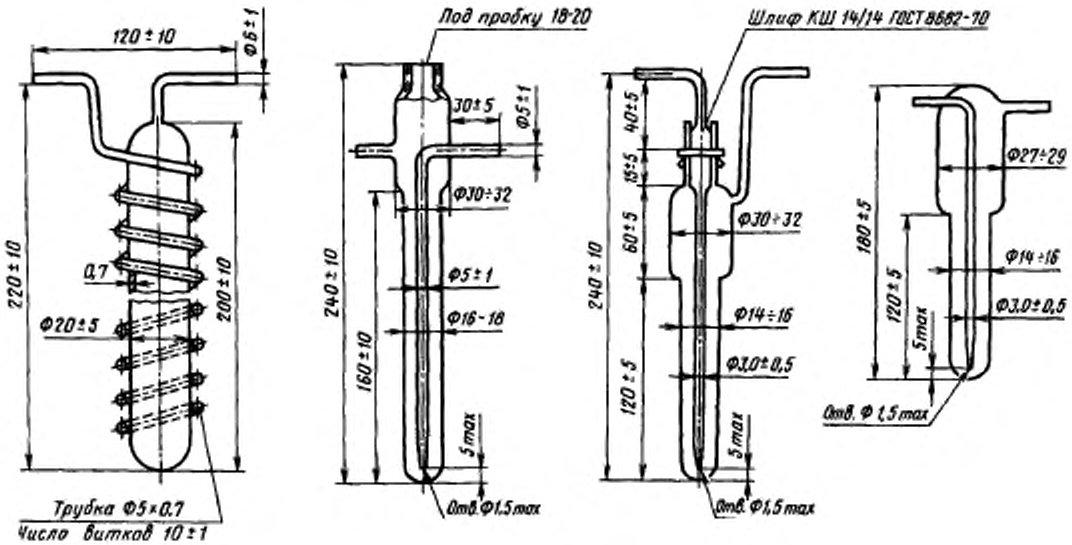
Азот газообразный по ГОСТ 9293.

**Пробоотборники — испарители жидкого кислорода**




Черт. 4

**Змеевиковый конденсатор**




Стекло молибденовое ЗС-5

Черт. 5

Черт. 6

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 см³ воды. Реактив годен в течение одной недели.

Медь азотнокислая или медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор готовят из расчета 33,3 г $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ или 34,6 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ на 1 дм³ 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/см³.

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 $c$ ($Na_2S_2O_3$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201.

Поглотительный раствор (реактив Илосвая); готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм³ вливают 150 см³ раствора азотнокислой или сернокислой меди, раствор аммиака из расчета 5,3 г аммиака на 1 дм³ поглотительного раствора (см. табл. 2) и 230 см³ раствора соляно-кислого гидроксиламина. При этом раствор в колбе обесцвечивается. К раствору добавляют 45 см³ раствора желатина и 330 см³ спирта. Объем раствора доводят водой до метки.

Поглотительный раствор может храниться не более суток.

Таблица 2

| Плотность водного раствора аммиака при 20 °С, г/см³ | Объем раствора аммиака, содержащий 5,3 г $NH_3$, см³ | Плотность водного раствора аммиака при 20 °С, г/см³ | Объем раствора аммиака, содержащий 5,3 г $NH_3$, см³ |
|---|---|---|---|
| 0,930 | 31,7 | 0,910 | 24,3 |
| 0,927 | 30,2 | 0,907 | 23,4 |
| 0,923 | 28,8 | 0,904 | 22,6 |
| 0,920 | 27,5 | 0,901 | 21,7 |
| 0,916 | 26,4 | 0,898 | 21,1 |
| 0,913 | 25,3 | | |

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

Раствор азотнокислого кобальта (раствор № 1) должен содержать точно 20 г азотнокислого кобальта ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) в 100 см³ раствора. Раствор готовят следующим образом: взвешивают 20,2—20,5 г азотнокислого кобальта, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора в колбе до метки. Определяют концентрацию азотнокислого кобальта в полученном растворе. Для этого отбирают 4 см³ раствора в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель и выпаривают осторожно на песчаной бане. В охлажденный тигель добавляют 0,5 см³ 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 ($C$) в г/100 см³ раствора вычисляют по формуле

$$C = 46{,}944\ m,$$

где $m$ — масса прокаленного осадка сернокислого кобальта ($CoSO_4$), г;

46,944 — коэффициент, учитывающий отношение молекулярных масс $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и $CoSO_4$ и объем раствора, взятый для анализа.

По результатам анализа доводят концентрацию азотнокислого кобальта в растворе № 1 точно до 20 г в 100 см³ добавлением воды или азотнокислого кобальта.

Раствор азотнокислого хрома (раствор № 2) должен содержать точно 10 г азотнокислого хрома ($Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) в 100 см³ раствора. Раствор готовят следующим образом: взвешивают 10,2—10,3 г азотнокислого хрома, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора в колбе до метки. Определяют концентрацию азотнокислого хрома в полученном растворе. Для этого отбирают 3 см³ раствора в стакан вместимостью 100 см³, добавляют 50 см³ воды, 0,2 г двууглекислого натрия и 15 см³ раствора марганцовокислого калия. Кипятят раствор 10 мин, после этого добавляют 2 см³ спирта и продолжают кипятить до исчезновения запаха альдегида. Раствор профильтровывают, фильтр промывают водой. К фильтрату добавляют 12 см³ разбавленной (1:4) серной кислоты и 2 г йодистого калия, выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия.

Массовую концентрацию азотнокислого хрома ($C_1$) в г/100 см³ раствора вычисляют по формуле

$$C_1 = 0{,}444V,$$

где $V$ — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно $c(Na_2S_2O_3) = 0{,}1$ моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,444 — коэффициент, учитывающий количество азотнокислого хрома, соответствующее 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации $c(Na_2S_2O_3) = 0{,}1$ моль/дм³ и объем раствора, взятый для анализа.

По результатам анализа доводят концентрацию азотнокислого хрома в растворе № 2 точно до 10 г в 100 см³ 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 № 1, см³ | 0 | 0,40 | 0,98 | 1,55 | 2,15 | 2,80 | 4,20 | 5,70 | 7,95 |
| Объем раствора № 2, см³ | 0 | 0,25 | 0,44 | 0,68 | 0,88 | 1,06 | 1,40 | 1,70 | 2,05 |
| Объем воды, см³ | 10 | 9,35 | 8,55 | 7,77 | 6,97 | 6,14 | 4,40 | 2,60 | 0 |
| Окраска соответствует объему ацетилена в см³ при 20 °С и 101,3 кПа (760 мм рт. ст.) в 10 см³ 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. № 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 см³ кислорода 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 см³ 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 ($X_1$) в кубических сантиметрах в 1 дм³ жидкого кислорода результат анализа умножают на коэффициент, равный отношению 1000:250 = 4, где 250 — объем пробы жидкого кислорода, см³.

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. № 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 $2{,}5 \cdot 10^{-8}$ 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).

Сосуд Дьюара стеклянный непосеребренный вместимостью 0,5 дм³ (черт. 8).

Футляр для охлаждения концентратора (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 см³.

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$^{-1}$ (0,005 %) в азоте. Смесь готовят в металлических баллонах путем разбавления азотом поверочной газовой смеси пропана с азотом ГСО № 3961—87 по Госреестру с объемной долей пропана 0,20 %.

2,4-Диметилсульфолан.

Триэтиленгликоль.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3.2.2. *Подготовка к анализу*

Отбирают в мерный цилиндр около 60 см$^3$ 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$^3$/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$^3$/мин в течение 2—3 сут.

В мерный цилиндр отбирают твердый носитель из расчета 7 см$^3$ 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$^3$/мин в течение 5—8 ч.

**(Измененная редакция, Изм. № 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$^3$/мин, расход водорода 30 см$^3$/мин, расход воздуха 150 см$^3$/мин, объем дозы 1 см$^3$.

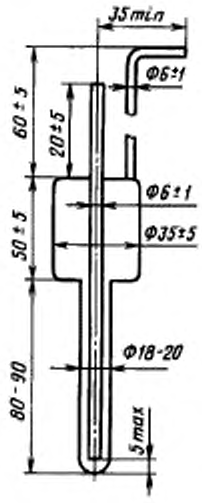
Площадь пика пропана на хроматограмме градуировочной смеси вычисляют как среднее значение не менее чем из трех параллельных определений. Градуировочную характеристику хроматографа проверяют 1 раз в месяц.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3.2.2.2. *Отбор пробы*

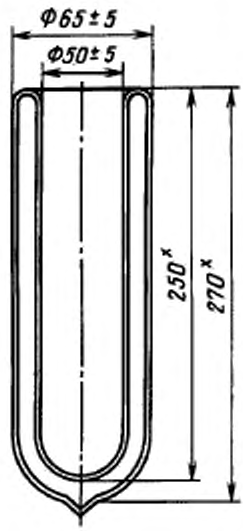
Пробу жидкого кислорода отбирают в пробоотборник (см. черт. 7), предварительно охлажденный жидким кислородом. Охлажденный пробоотборник погружают в сосуд Дьюара (см. черт. 8) с анализируемым жидким кислородом. При этом жидкость поступает в пробоотборник через центральную трубку.

**Пробоотборник жидкого кислорода**




Черт. 7

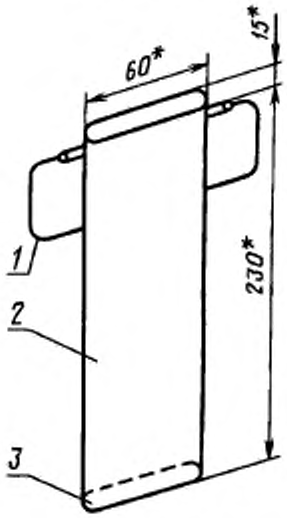
**Сосуд Дьюара стеклянный непосредственный**




* Размер для справок

Черт. 8

**Футляр для охлаждения концентратора**




*1* — ручка; *2* — латунная трубка; *3* — дно

* Размер для справок.

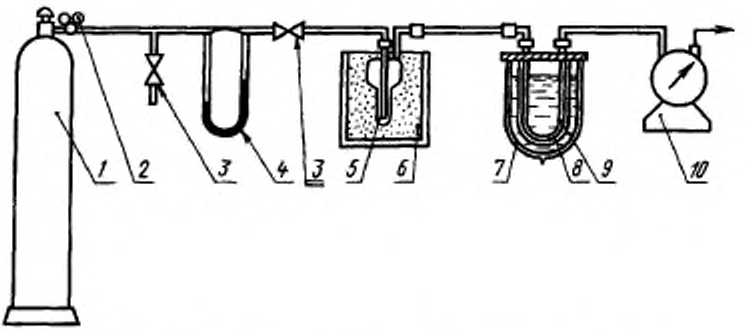
Черт. 9

Отбирают около 2,5 см³ 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 см³/мин.

Закончив испарение пробы, отогревают пробоотборник до комнатной температуры в потоке азота. Расход азота не должен превышать 200 см³/мин.

**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

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 ($X_1$) в миллионных долях вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C_{ст}\, V_{ст}\, 3\, S}{S_{ст}\, 2\, V\, 860},$$

где $C_{ст}$ — объемная доля пропана в градуировочной смеси, млн$^{-1}$;

$V_{ст}$ — объем градуировочной смеси при градуировке хроматографа, см$^3$;

3 — число атомов углерода в молекуле пропана;

$S$ — площадь пика ацетилена на хроматограмме анализируемого кислорода, мм$^2$;

$S_{ст}$ — площадь пика пропана на хроматограмме градуировочной смеси, мм$^2$;

2 — число атомов углерода в молекуле ацетилена;

$V$ — объем пробы жидкого кислорода, см$^3$;

860 — объем газообразного кислорода в кубических сантиметрах, образующийся при испарении 1 см$^3$ жидкого кислорода.

Объем ацетилена в 1 дм$^3$ жидкого кислорода в см$^3$ при нормальных условиях равен $X_1 \cdot \frac{860}{1000}$.

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.

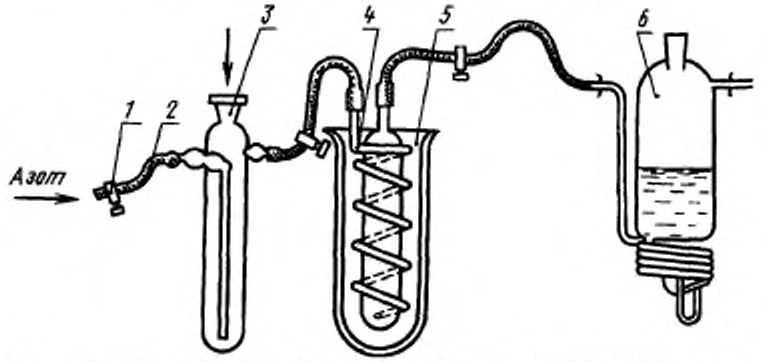
**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

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

**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

Дьюара стеклянный вместимостью 500 см³ и абсорбер (см. черт. 12) или склянка для промывания газов типа СН-1—100 или СН-2—100 по ГОСТ 25336.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, дополнительно очищенный от углекислоты.

Бюретка вместимостью 25 или 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Колба типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см³.

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

Секундомер механический.

Реометр РКС-1—1 по ГОСТ 9932.

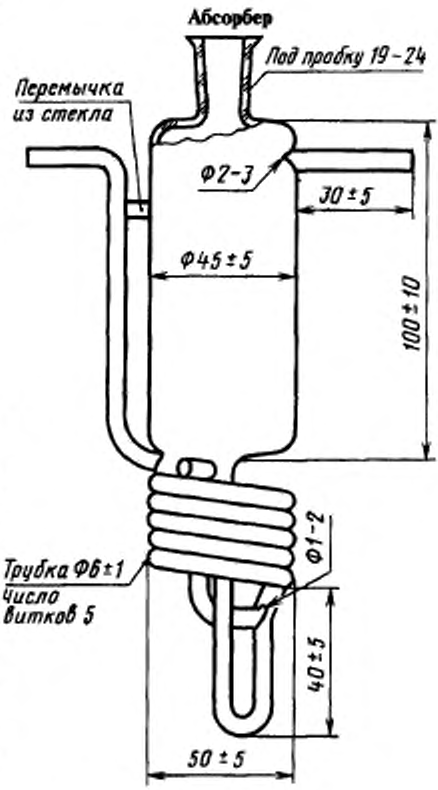
Барий хлористый по ГОСТ 4108.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107, раствор концентрации $c(^1/_2\ Ba(OH)_2) = 0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.), готовят следующим образом: 1,75 г гидрата окиси бария и 0,35 г хлористого бария растворяют в 200—300 см³ горячей воды, очищенной от углекислоты, в мерной колбе вместимостью 1000 см³; 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 $c(HCl) = 0{,}01$ моль/дм³ (0,01 н.), готовят из фиксанала соляной кислоты.




Черт. 12

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. № 2, 3).**

3.4.2. *Подготовка к анализу*

Перед проведением анализа определяют концентрацию гидрата окиси бария (контрольная проба). Для этого отбирают в абсорбер 20 см³ 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 см³ 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 см³ раствора гидрата окиси бария. Абсорбер разрешается заменить тремя склянками для промывания газов типа СН по ГОСТ 25336 вместимостью не более 100 см³; в каждую из склянок вливают по 20 см³ 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 ($X_2$) в кубических сантиметрах в 1 дм³ жидкого кислорода вычисляют по формуле

$$X_2 = 0{,}12(V - V_1)\ 4,$$

где $V$ — объем соляной кислоты, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

$V_1$ — объем соляной кислоты, израсходованный на титрование остатка гидрата окиси бария в абсорбере, см³;

0,12 — объем двуокиси углерода, эквивалентный 1 см³ раствора гидрата окиси бария концентрации $c(^1/_2\ Ba(OH)_2) = 0{,}01$ моль/дм³, см³;

4 — коэффициент пересчета результатов анализа на 1 дм³ жидкого кислорода, равный 1000:250.

Примечания:

1. 1 см³ раствора гидрата окиси бария концентрации $c(^1/_2\ Ba(OH)_2) = 0{,}01$ моль/дм³ эквивалентен $\left(\frac{0{,}01}{1000} \times \frac{22400}{2} \times \frac{293}{273}\right)$ см³ двуокиси углерода, т. е. 0,12 см³.

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 $P = 0{,}95$.

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. № 2, 3).**

3.5. Определение содержания масла

3.5.1. *Аппаратура и реактивы*

Колба типа П или Кн по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см³.

Микробюретки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Пипетки вместимостью 10 см³.

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 см³ латекса полистирола растворяют в 250 см³ воды; 1 см³ 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.

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

Таблица 4

| Характеристика образцового раствора | Номер образцового раствора | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Объем раствора латекса полистирола, см³ | 0 | 0,2 | 0,4 | 1 | 2 | 4 | 8 |
| Объем воды, см³ | 8 | 7,8 | 7,6 | 7 | 6 | 4 | 0 |
| Мутность соответствует массовой концентрации масла, миллиграммы в 1 дм³ жидкого кислорода | 0 | 0,01 | 0,02 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,4 |

Допускается применение масляной нефелометрической шкалы, приготовленной в соответствии с ОСТ 26—04—2574 «Газы, криопродукты, вода. Методы определения содержания минеральных масел».

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.5.2. *Проведение анализа*

В сухую обезжиренную колбу вливают 1 дм³ кислорода. Медленно испаряют кислород и отогревают колбу до комнатной температуры. Вливают в колбу последовательно 2 см³ этилового эфира и 2 см³ уксусной кислоты. Смывают масло со дна и стенок колбы эфиром и выливают полученный раствор в пробирку для анализа. К раствору в пробирке добавляют 5 см³ воды.

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 ($X_3$) в миллиграммах в 1 дм³ 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/дм³.

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. № 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 см³ (см. черт. 8);

сосуд Дьюара, стеклянный вместимостью 0,5 дм³;

склянка 4—10 по ГОСТ 25336 (газометр);

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

Пипетка с делениями вместимостью 1 см³.

Склянка для промывания газов типа СН по ГОСТ 25336 вместимостью не более 100 см³.

Прибор для отбора и хранения проб газа по ГОСТ 18954 вместимостью 3 дм³.

Цилиндр измерительный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³.

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

Секундомер механический.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

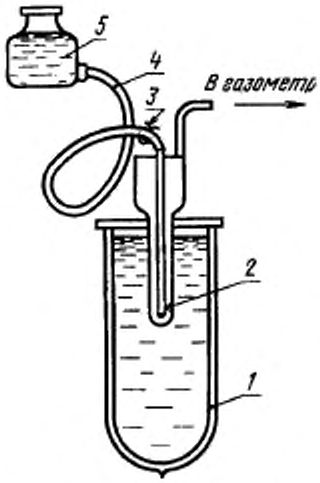
Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %.

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 см³ 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. № 2, 3).**

**Установка для испарения пробы жидкого кислорода**




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

Черт. 13

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 см³ 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.

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 см³.

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 см³ кислорода пропускают в течение 30—35 мин через склянку со 100 см³ 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. № 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 $см^3$ кислорода, с помощью газоанализатора УГ-2—220 $см^3$ 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. № 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 $c(HCl) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ (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 $см^3$ этилового спирта с массовой долей 60 %.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 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 $см^3$ воды и добавляют в каждую из них по 3—4 капли раствора метилового красного. Затем в склянку № 2 пипеткой вводят 0,2 $см^3$, в склянку № 3 — 0,4 $см^3$ раствора соляной кислоты.

Через раствор в склянке № 2 пропускают 2000 $см^3$ кислорода в течение 30—35 мин. Сравнивают окраску раствора в склянке № 2 с окраской растворов в склянках № 1 и 3.

Пороговая чувствительность метода соответствует 0,001 г/моля газообразной кислоты или газообразного основания в 1 $м^3$ кислорода.

Кислород считают соответствующим требованиям настоящего стандарта по содержанию газообразных оснований, если окраска раствора в склянке № 2 сохраняет розовый цвет в отличие от раствора в склянке № 1, окрашенного в желтый цвет, и соответствующим по содержанию газообразных кислот, если розовая окраска раствора в склянке № 2 будет слабее, чем в склянке № 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 $см^3$ воды; 0,5 г крахмала размешивают в 5 $см^3$ 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 $см^3$ кислорода пропускают в течение 30—35 мин через склянку для промывания газов, в которую налито 100 $см^3$ 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 $см^3$ 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. № 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

1. Аппаратура, реактивы и материалы

Хроматограф с детектором по теплопроводности с порогом чувствительности по пропану при газе-носителе гелии не выше $2 \cdot 10^{-5}$ мг/см³ и газохроматографической колонкой длиной 1,4 м, наполненной активным углем.

Концентратор — U-образная трубка из коррозионностокой стали 6×1 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 см³ 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$^{-1}$.

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 № 3750—87 с объемной долей $CO_2$ 300 млн$^{-1}$ или № 3754—87 с объемной долей $CO_2$ 0,100 % по Госреестру.

Шприцы медицинские инъекционные типа Рекорд по ГОСТ 22967 вместимостью 2, 5, 10 см³.

Секундомер механический.

**(Измененная редакция, Изм. № 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 см³/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 см³/мин. Дозы смеси от 2 до 10 см³.

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 см³, строят градуировочный график зависимости высоты пика двуокиси углерода в миллиметрах, приведенной к чувствительности регистратора (масштабу) М1, от объема двуокиси углерода в кубических сантиметрах в каждой дозе. Градуировочный график изображен на чертеже.

**(Измененная редакция, Изм. № 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 см³ 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 дм³ газообразного 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. № 1).**

6. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V_1 \cdot M_0 \cdot 1000}{V},$$

где $V_1$ — объем двуокиси углерода по градуировочному графику, соответствующий высоте пика двуокиси углерода на хроматограмме анализируемого кислорода, см³;

$M_0$ — чувствительность регистратора при записи пика двуокиси углерода на хроматограмме кислорода;

$V$ — объем газообразного кислорода, пропущенный через концентратор, дм³;

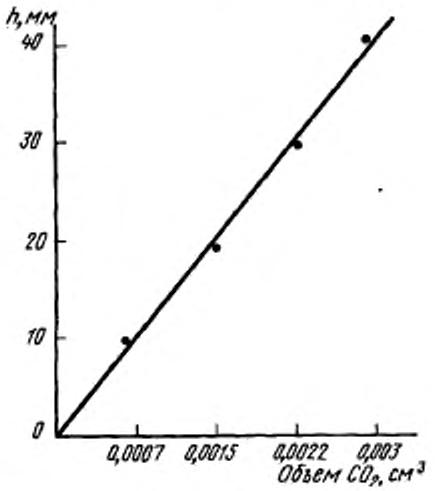
1000 — количество литров в 1 м³ газа.

Объем двуокиси углерода в 1 дм³ жидкого кислорода в см³ при нормальных условиях равен $X \cdot \frac{860}{1000}$, где 860 — объем газообразного кислорода в дм³ при нормальных условиях, образующегося при испарении 1 дм³ жидкого 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 $P = 0,95$.

**Градуировочный график хроматографа по двуокиси углерода**




**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2*
*Справочное*

## РАСЧЕТ
## МАССЫ ЖИДКОГО КИСЛОРОДА В ЦИСТЕРНАХ

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

$$V = \frac{m \cdot 1000}{1{,}33},$$

где $m$ — масса жидкого кислорода, т;

1,33 — плотность газообразного кислорода при нормальных условиях, кг/м$^3$.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 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 № 1418**

**Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 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 | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, приложения |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 61—75 | 3.5.1; 3.8.1 | ГОСТ 4471—78 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 427—75 | 3.3.2.1 | ГОСТ 4517—87 | 3.4.1 |
| ГОСТ 617—90 | 3.2.3 | ГОСТ 4528—78 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 1277—75 | 3.6.1 | ГОСТ 5456—79 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.3.2.1; 3.6.1 | 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 2603—79 | 3.3.2.1 | ГОСТ 9147—80 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 2939—63 | Приложение 2 | ГОСТ 9293—74 | 3.3.1.1; 3.3.2.1; 3.4.1 |
| ГОСТ 3022—80 | 3.3.2.1 | ГОСТ 9932—75 | 3.3.2.1; 3.4.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 3.7.1; приложение 1 | ГОСТ 10163—76 | 3.8.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 3.2.1; 3.3.1.1; 3.6.1 | ГОСТ 11293—89 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 3773—72 | 3.2.1 | ГОСТ 13320—81 | 3.2.4 |
| ГОСТ 4107—78 | 3.4.1 | ГОСТ 17433—80 | 3.3.2.1 |
| ГОСТ 4108—72 | 3.4.1 | ГОСТ 18300—87 | 3.3.1.1; 3.4.1; 3.7.1 |
| ГОСТ 4165—78 | 3.3.1.1 | ГОСТ 18481—81 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 4201—79 | 3.3.1.1 | ГОСТ 18954—73 | 3.6.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.3.1.1 | ГОСТ 19433—88 | 4.1 |
| ГОСТ 4232—74 | 3.3.1.1; 3.8.1 | ГОСТ 20490—75 | 3.3.1.1 |
| ГОСТ 4233—77 | 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1 | | |
| ГОСТ 4328—77 | 3.4.1 | | |

*Продолжение*

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, приложения | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, приложения |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 22967—90 | 3.3.2.1 | ГОСТ 26460—85 | 4.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 3.2.3; 3.3.1.1; 3.4.1; 3.4.3; 3.5.1; 3.6.1 | ГОСТ 27068—86 | 3.3.1.1 |
| | | ОСТ 26—04—2574—80 | 3.5.1 |

**6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в мае 1984 г., марте 1989 г., марте 1996 г. (ИУС 8—84, 6—89, 7—96)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н Прусакова*
Корректор *О.Я. Чернецова*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.08.98. Подписано в печать 06.10.98. Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,53.
Тираж 280 экз. С 1180. Зак. 1619.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru