ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

# ВОЗДУХ. КРИОПРОДУКТЫ. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ СЕРОУГЛЕРОДА

ОСТ 26-04-2584-80

Издание официальное

1980

УТВЕРЖДЕН ВПО "Союзкриогенмаш" (Минхиммаш) и введен в действие приказом от
№

Исполнители: В. Ф. Густов, д-р техн. наук, В. В. Плотников, к.т.н., В. Ф. Полушкин, К. Г. Зверев, к.т.н., В. И. Щепотьева

СОГЛАСОВАН ЦК Профсоюза рабочих химической и нефтяной промышленности

Секретарь Орлов Е. Н.

Гипрокислород (Минхимпром)

Директор Иванов К. Н.

УДК Группа Л19

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОЗДУХ. КРИОПРОДУКТЫ.

Колориметрический метод определения примеси сероуглерода.

ОСТ 26-04-2584-80

Введен впервые

Приказом от 19 г. № ВПО "Союзкриогенмаш" срок введения установлен с 1 июля 1981 г.

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания сероуглерода в воздухе и жидком кислороде. Сущность метода заключается в том, что при взаимодействии сероуглерода с диэтиламином и уксуснокислой медью образуется дитиокарбамат меди, окрашенный в желто-бурый цвет. Содержание сероуглерода определяют колориметрическим методом по искусственной стандартной шкале. Минимально определяемая концентрация сероуглерода составляет 0,004 мг сероуглерода в 1 л жидкого кислорода и 0,02 мг в 1 $м^3$ воздуха при пробе равной 50 л.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

## 1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, ГАЗЫ

1.1. Для определения сероуглерода используют:

колбу-испаритель вместимостью 500 мл (рекомендуемое приложение 1);

прибор поглотительный (рекомендуемое приложение 1);

конденсатор змеевиковый (рекомендуемое приложение 2);

сосуд для отбора проб (рекомендуемое приложение 3);

пробирки стеклянные по ГОСТ 10515-75, вместимостью 10 мл;

колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50, 100 мл;

счетчик газовый барабанный ГСБ-400 по ТУ 25-04-2261-75;

микрокомпрессор по ТУ 401-02-142-72;

сосуд криогенный по ГОСТ 16024-79;

пипетки по ГОСТ 20292-74;

стекловолокно по ГОСТ 10727-73;

медь уксуснокислая по ГОСТ 5852-79, 0,05 % раствор;

диэтиламин технический по ГОСТ 9875-73, 1,5 % спиртовой раствор;

натр едкий по ГОСТ 11078-78, 5 % спиртовой и 0,1 н. водный растворы;

метиловый красный (индикатор) по ГОСТ 5853-51, приготовленный следующим образом: в мерной колбе вместимостью 100 мл растворяют 0,05 г метилового красного в 2-х мл свежеприготовленного 5 % спиртового раствора едкого натра. Объем жидкости в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Из полученного раствора отбирают пипеткой 1,8 мл раствора и разбавляют его в мерной колбе вместимостью 100 мл 0,1 н. раствором едкого натра; 1 мл полученного раствора соответствует 0,01мг сероуглерода;

аммоний углекислый по ГОСТ 3770-75, 0,5 % раствор;

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-72;

натрий мышьяковистокислый по МРТУ 6-09-3923-72, 0,2 % раствор в 0,5 % растворе углекислого аммония;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293-74.

Стандартные растворы искусственной колориметрической шкалы готовят по приведенной таблице. Стандартные растворы аналогичны по окраске соответствующему ряду растворов, содержащих сероуглерод до 0,01 мг. При содержании сероуглерода свыше 0,01 мг окрашенные растворы в колориметрических пробирках разбавляют поглотительным раствором диэтиламина. Разбавление учитывается при расчете результатов анализа.

## 2. ОТБОР ПРОБЫ

2.1. Перед отбором пробы жидкого кислорода сливают 1-2 л жидкого кислорода из вентиля слива.

2.2. Отбирают необходимое количество жидкого кислорода в сосуд для отбора проб или непосредственно в предварительно охлажденную колбу-испаритель.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

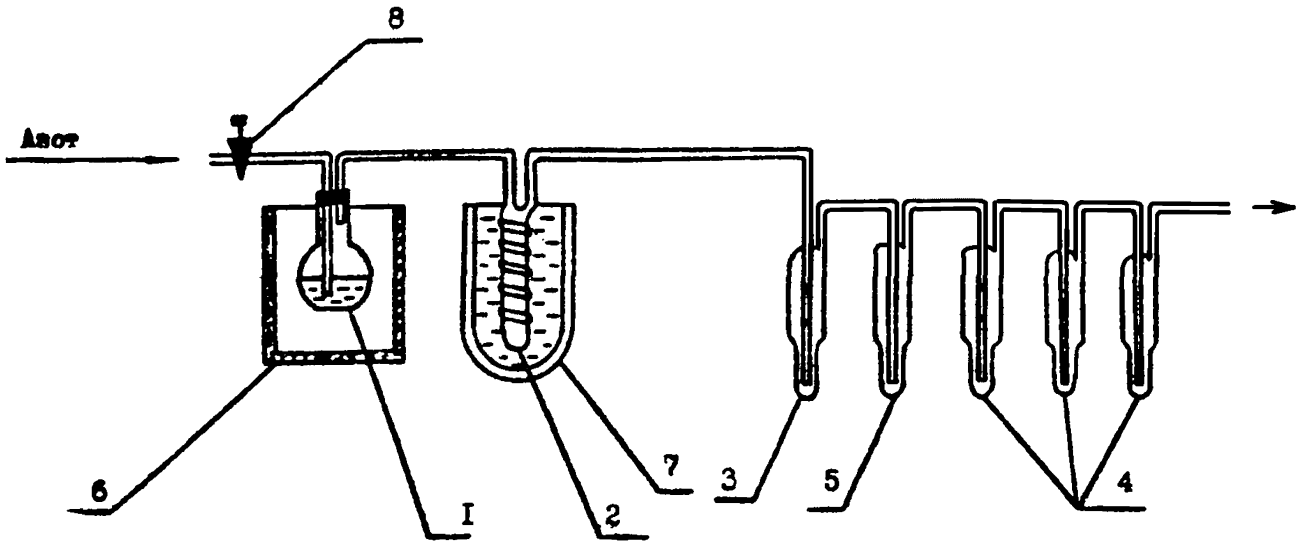
3.1. Анализ жидкого кислорода

3.1.1. На черт. 1 представлена схема установки для анализа жидкого кислорода. В охлажденную колбу-испаритель (1), помещенную в ящик со стекловолокном (6), наливают 250 мл жидкого кислорода и закрывают колбу пробкой с двумя отводными трубками, одна из которых опущена до дна колбы, вторая короткая. Длинную трубку присоединяют резиновым шлангом к линии подачи газообразного азота и перекрывают зажимом (8). К короткой трубке присоединяют змеевиковый конденсатор (2). Змеевиковый конденсатор погружают в криогенный сосуд (7) с жидким кислородом и испаряют пробу в течение 1,5-2 ч.

Искусственная колориметрическая шкала стандартных растворов

| Характаристика стандартного раствора | Номера стандартных растворов | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| Раствор метилового красного, соответствующий массовой концентрации сероуглерода 0,01 мг в 1 мл раствора, мл | 0 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 | 0,9 | 1,( |
| 0,1 н. водный раствор aOH, мл | 5 | 4,95 | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,6 | 4,5 | 4 4 | 4,3 | 4,2 | 4,1 | 4,0 |
| Масса сероуглерода, мг | 0 | 0,0005 | 0,001 | 0,002 | 0,003 | 0,004 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,008 | 0,009 | 0,01 |

Схема установки для анализа жидкого кислорода




1 – колба испаритель; 2 – конденсатор змеевиковый; 3 – сосуд поглотительный для поглощения сероводорода; 4 – сосуды поглотительные для поглощения сероуглерода; 5 – сосуд-каплеуловитель; 6 – ящик со стекловолокном; 7 – сосуд криогенный; 8 – зажим

Черт. 1.

По окончании испарения вынимают колбу-испаритель из ящика со стекловолокном и отогревают ее до комнатной температуры, продувая медленным током азота со скоростью 1-2 пузырька в секунду. Не прекращая потока азота, к свободному концу змеевикового конденсатора присоединяют поглотительные сосуды в следующем порядке:

один поглотительный сосуд с 10-ю мл раствора мышьяковистокислого натрия для поглощения сероводорода (3);

один пустой поглотительный сосуд (5);

три поглотительных сосуда, охлажденных до $0^{\circ}C$, с 10-ю мл раствора диэтиламина в каждом для поглощения сероуглерода (4).

Вынимают змеевиковый конденсатор из криогенного сосуда и отогревают его до комнатной температуры тем же способом, что и колбу-испаритель. После полного отогрева змеевикового конденсатора дополнительно продувают систему азотом в течение 5-6 мин. Затем отбирают из каждого поглотительного сосуда с раствором диэтиламина по 5 мл расвтора и вносят в отдельные колориметрические пробирки.

Одновременно во все пробирки с пробами прибавляют по 0,5 мл 0,05 %-ного спиртового расвтора уксуснокислой меди. Пробирки встряхивают и через 20-25 мин сравнивают окраску растворов со стандартными растворами колориметрической шкалы.

3.1.2. Массовую концентрацию сероуглерода (X) в мг в 1 л жидкого кислорода вычисляют по формуле:

$$X = 8(q_1 + q_2 + q_3) \qquad (1)$$

где $q_1$, $q_2$, $q_3$ - масса сероуглерода в каждой колориметрической пробирке, мг.

3.2. Анализ воздуха

3.2.1. Два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 10 мл раствора диэтиламина, помещают в сосуд с охлаждающей смесью (лед с водой),

имеющей температуру 0°С. С помощью микрокомпрессора или аспиратора протягивают через поглотительные сосуды 50 л исследуемого воздуха со скоростью 30 л/ч.

3.2.2. Растворы в поглотительных сосудах анализируются отдельно. Раствор из первого и второго поглотительных сосудов сливают в два мерных цилиндра с притертыми пробками. Объемы растворов доводят до 10 мл поглотительным раствором и перемешивают. Отбирают 1 и 5 мл исследуемого раствора из первого цилиндра и 5 мл из второго цилиндра и вносят в первую, вторую и третью колориметрические пробирки. Доводят объем пробы в первой колориметрической пробирке поглотительным раствором до 5 мл. Прибавляют в пробирки с пробами по 0,5 мл 0,05 %-ного спиртового раствора уксуснокислой меди. Пробирки встряхивают и через 20-25 мин определяют содержание сероуглерода сравнением с эталонами стандартных растворов колориметрической шкалы.

3.2.3. Массовую концентрацию сероуглерода (X) в мг в 1 $м^3$ воздуха определяют по формуле:

$$X = \frac{q \cdot 1000 \cdot 10}{a \cdot V}, \qquad (2)$$

где $q$ – масса сероуглерода в мг, найденная в анализируемом объеме пробы; $a$ – объем поглотительного раствора, отобранного для анализа, мл; V – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям в л.

В расчете принимают значения $q$ и $a$ по первой колориметрической пробирке при больших содержаниях сероуглерода в воздухе и по второй колориметрической пробирке при малых содержаниях. При наличии сероуглерода во втором поглотительном сосуде расчет проводят также по формуле (2). Найденные количества сероуглерода суммируются.

## 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1. При обращении с криопродуктами следует соблюдать осторожность, т.к. попадание криопродуктов на кож-

ный покров вызывает сильные ожоги. В случае ожога необходимо обожженную часть тела смазать валезином или мазью от ожога.

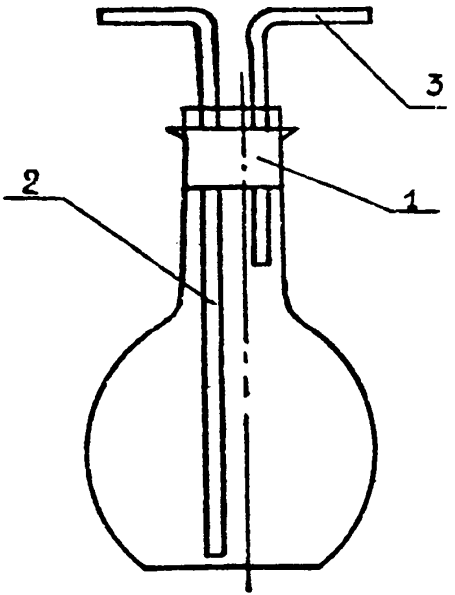
4.2. При переливании криопродуктов необходимо работать в защитных очках, в брезентовых или хлопчатобумажных рукавицах.

4.3. Стеклянные криогенные сосуды следует обматывать изоляционной лентой или помещать в чехлы из ткани.

4.4. Приготовление растворов едкого натра следует проводить в резиновых перчатках.

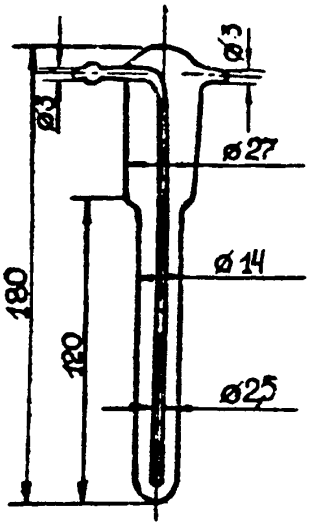
Приложение 1
Рекомендуемое

Колба-испаритель



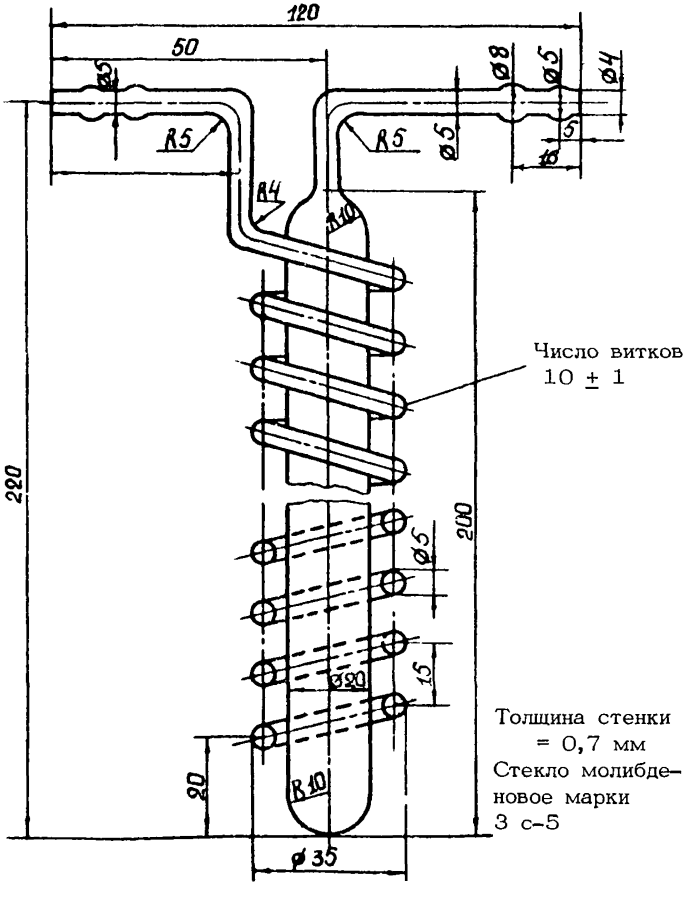

1 - пробка резиновая; 2 - отвод стеклянный длинный; 3 - отвод стеклянный короткий

Прибор поглотительный



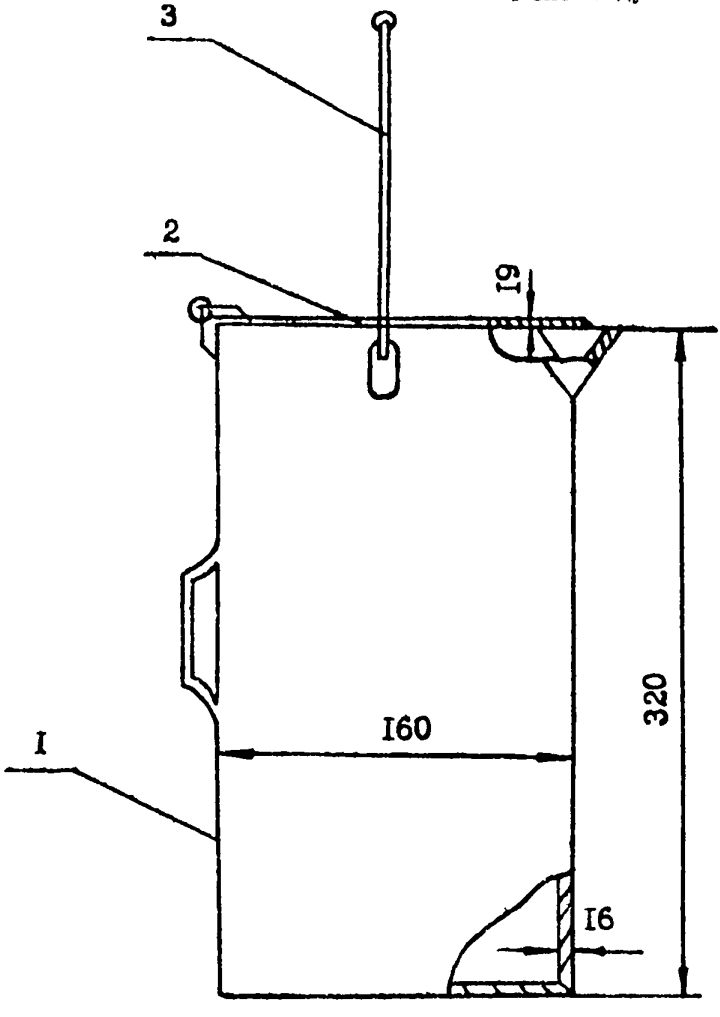
Приложение 2
Рекомендуемое

Конденсатор змеевиковый



Сосуд для отбора проб.

Приложение 3
Рекомендуемое




1 – корпус сосуда; 2 – крышка; 3 – ручка

# ПЕРЕЧЕНЬ

ссылочных нормативно-технических документов (НТД)

| Обозначение | Наименование | Лист (страница) |
|---|---|---|
| ГОСТ 1770-74 | Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы. Технические условия | 2 |
| ГОСТ 3770-75 | Аммоний углекислый | 2 |
| ГОСТ 5852-79 | Медь П - уксуснокислая 1 - водная. Технические условия | 2 |
| ГОСТ 5853-51 | Метиловый красный | 2 |
| ГОСТ 6709-72 | Вода дистиллированная | 3 |
| ГОСТ 9293-74 | Азот газообразный и жидкий | 3 |
| ГОСТ 9875-73 | Диэтиламин технический | 2 |
| ГОСТ 10515-75 | Пробирки стеклянные. Технические условия | 2 |
| ГОСТ 10727-73 | Нити и волокна стеклянные однонаправленные | 2 |
| ГОСТ 11078-78 | Натр едкий очищенный. Технические условия | 2 |
| ГОСТ 16024-70 | Сосуды криогенные Технические условия | 2 |
| ГОСТ 18300-72 | Спирт этиловый ректификованный технический | 2 |

| Обозначение | Наименование | Лист (страница) |
|---|---|---|
| ГОСТ 20292-74 | Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки | 2 |
| ТУ 25-04-2261-75 | Счетчик газовый барабанный (с жидкостным затвором) тип ГСБ-400 | 2 |
| ТУ 401-02-142-72 | Микрокомпрессор | 2 |
| МРТУ 6-09-3923-72 | Натрий мышьяковистый | 3 |

# СОДЕРЖАНИЕ

1. Аппаратура, реактивы, газы 2

2. Отбор пробы 3

3. Проведение анализа 3

3.1. Анализ жидкого кислорода 3
3.2. Анализ воздуха 6

4. Требования безопасности 7

5. Приложение 1 рекомендуемое.
Колба-испаритель, прибор поглотительный 9

6. Приложение 2 рекомендуемое.
Конденсатор змеевиковый 10

7. Приложение 3 рекомендуемое.
Сосуд для отбора проб 11

8. Перечень ссылочных нормативно-технических
документов (НТД) 12

9. Лист регистрации изменений 14

## ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

| Изм. | Номера листов (страниц) | | | | Номер документа | Подпись | Дата | Срок введения изменения |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | измененных | замененных | новых | аннулированных | | | | |
| | | | | | | | | |