ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОЗДУХ. КРИОПРОДУКТЫ. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСИ СЕРОУГЛЕРОДА

ОСТ 26-04-2584-80

Издание официальное

1980

gost.e-ecolog.ru

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

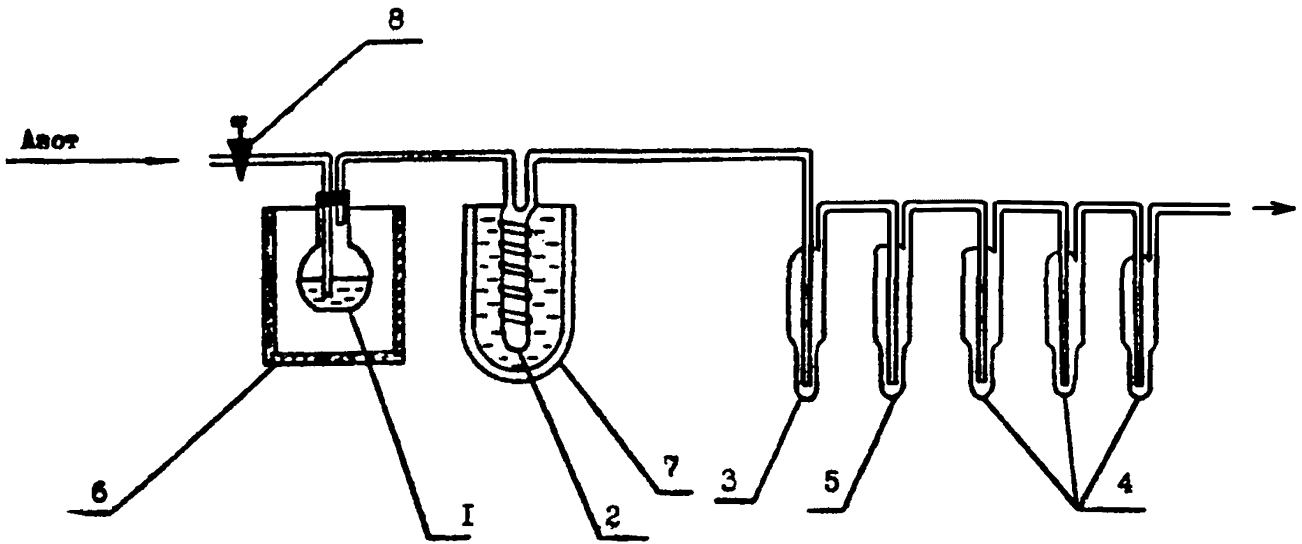
3.1. Анализ жидкого кислорода

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

Характеристика 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 аОН, 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 раствора и вносят в отдельные колориметрические пробирки.

Одновременно во все пробирки с пробами прибавляют по 0,5 мл 0,05 %-ного спиртового раствора 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.

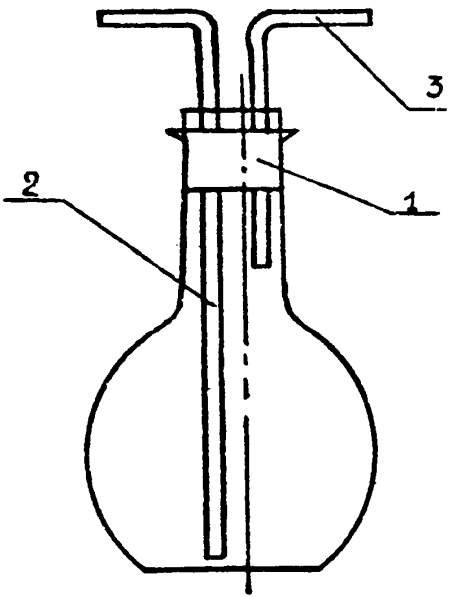
4.2. При переливании криопродуктов необходимо работать в защитных очках, в брезентовых или хлопчатобумажных рукавицах.

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.

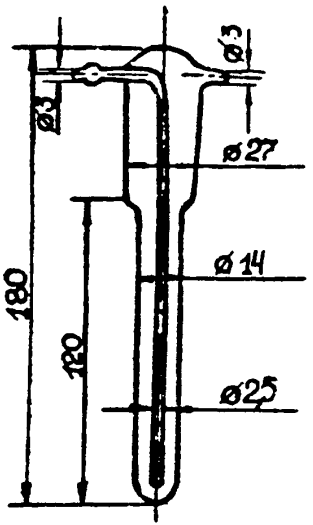
Приложение 1
Рекомендуемое

Колба-испаритель



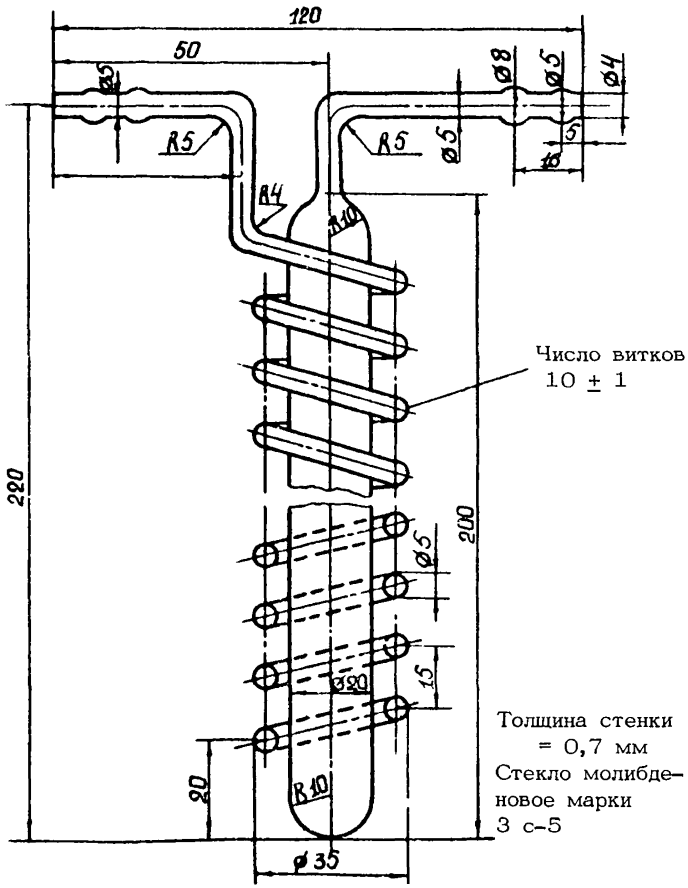
1 - пробка резиновая; 2 - отвод стеклянный длинный; 3 - отвод стеклянный короткий

Прибор поглотительный



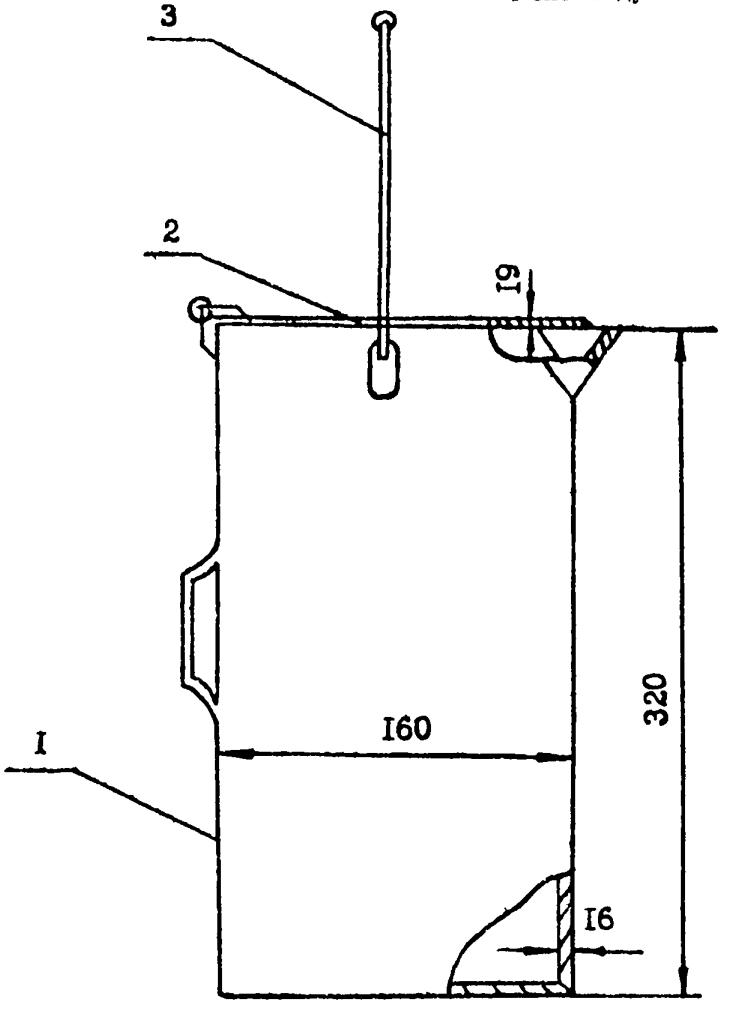
Приложение 2
Рекомендуемое

Конденсатор змеевиковый



Сосуд для отбора проб.

Приложение 3
Рекомендуемое



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

П Е Р Е Ч Е Н Ь

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				

gost.e-ecolog.ru