



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. Плот-  
ников, к.т.н., В. Ф. Полушкин, К. Г. Зверев, к.т.н.,  
В. И. Шепотьева

СОГЛАСОВАН ЦК Профсоюза рабочих химической и нефтя-  
ной промышленности

Секретарь Орлов Е. Н.

Гипрокислород (Минхимпром)

Директор Иванов К. Н.

УДК

Группа Л19

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

---

ВОЗДУХ. КРИОПРОДУКТЫ.

ОСТ 26-04-2584-80

Колориметрический метод  
определения примеси  
сероуглерода.

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<sub>3</sub> сероуглерода в 1 л жидкого кислорода и 0,02 мг в 1 м<sup>3</sup> 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 0,01 мг 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

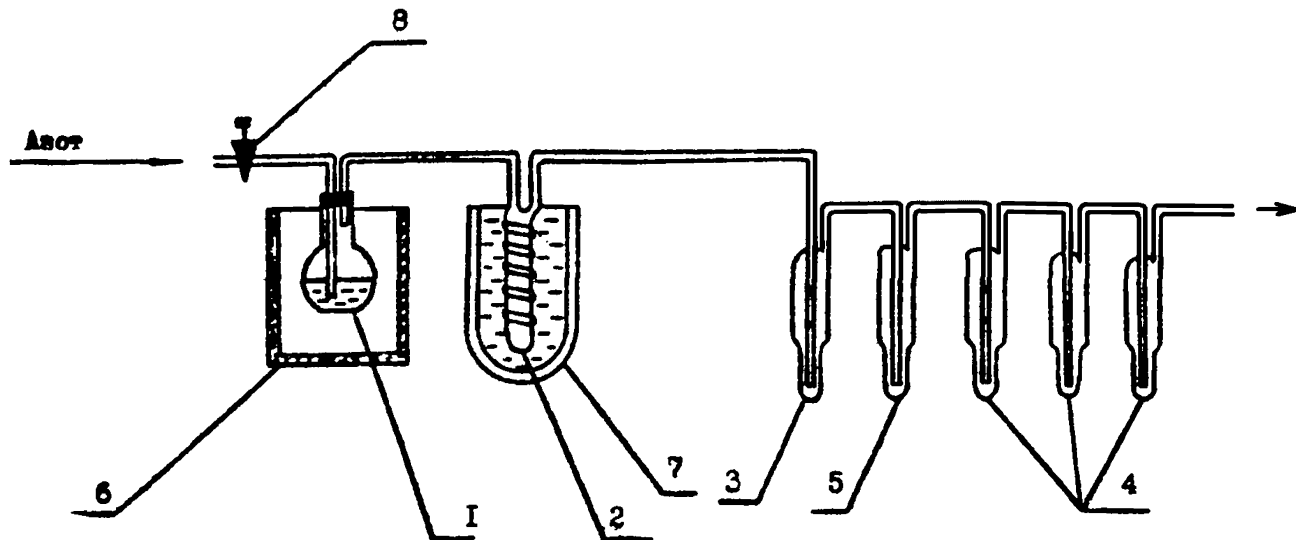
### 3.1. Анализ жидкого кислорода

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
0,1 н. родный раствор NaOH, 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 диоксида углерода; 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°С, 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:

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

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  $0^{\circ}\text{C}$ . 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<sup>3</sup> воздуха определяют по формуле:

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

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

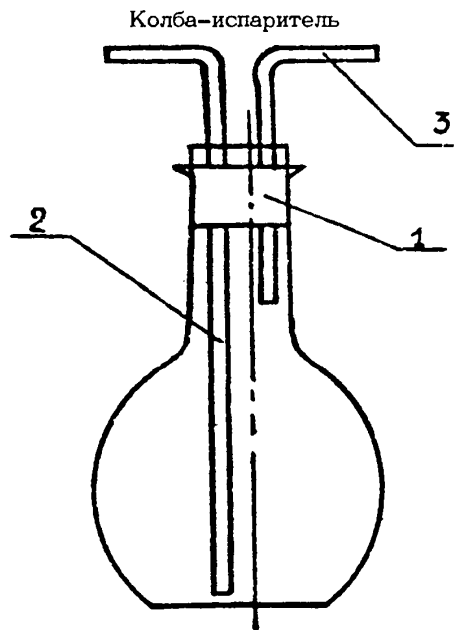
4.1. При обращении с криопродуктами следует соблюдать осторожность, т.к. попадание криопродуктов на кож-

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.

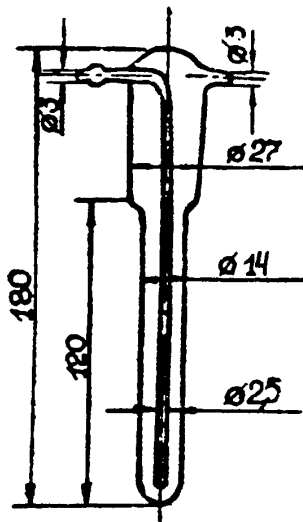
4.3. Стеклянные криогенные сосуды следует обматывать изоляционной лентой или помещать в чехлы из ткани.

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

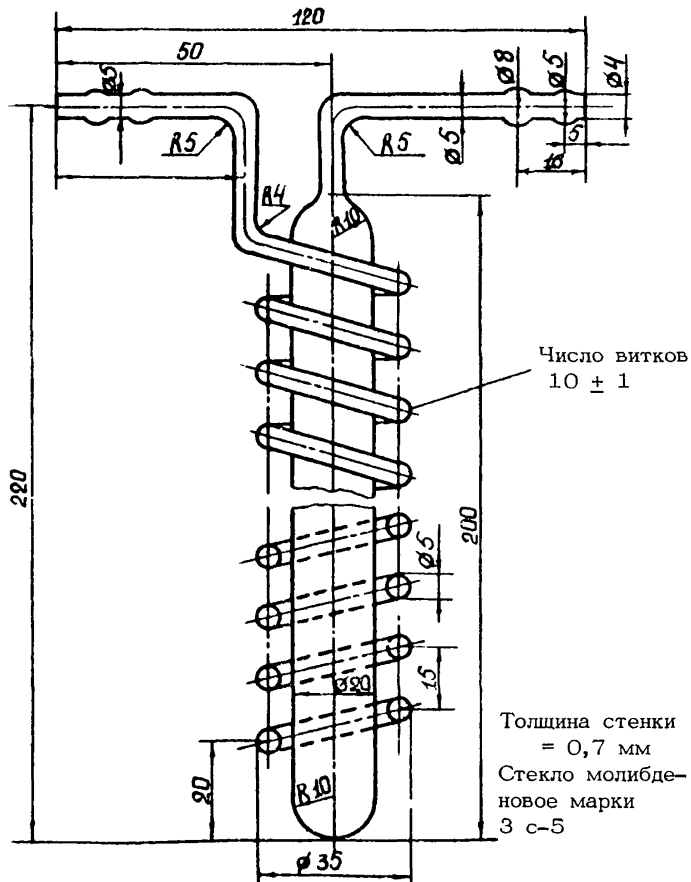


1 - пробка резиновая; 2 - отвод стек-  
лянный длинный; 3 - отвод стеклянный  
короткий

Прибор поглощительный

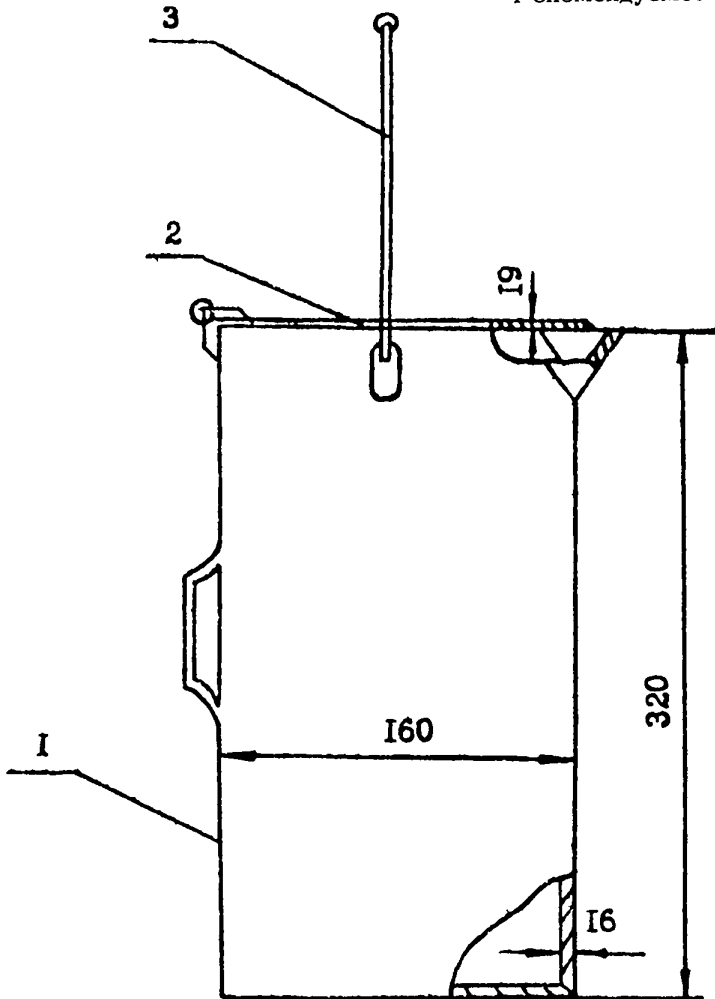


Конденсатор змеевиковый



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 (стра- ница)
ГОСТ 20292-74	Приборы мерные лабора- торные стеклянные. Бю- ретки, пипетки	2
ТУ 25-04-2261-75	Счетчик газовый бара- банный (с жидкостным затвором) тип ГСБ-400	2
ТУ 401-02-142-72	Микрокомпрессор	2
МРТУ 6-09-3923-72	Натрий мышьяковистый	3

СО Д Е Р Ж А Н И Е

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 доку-мента	Подпись	Дата	Срок введения изменения
	изме-ненных	заме-ненных	новых	аннулиро-ванных				

ОСТ 26-04-2584-80 Стр. 15