ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА И ВОДОРОДА

ГОСТ 2408.1—88
(СТ СЭВ 6040—87)

Издание официальное

Цена 10 коп. БЗ 8—88/609

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.62.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТОПЛИВО ТВЕРДОЕ

Методы определения углерода и водорода

Solid fuel. Methods for determination of carbon and hydrogen

ГОСТ 2408.1—88

(СТ СЭВ 6040—87)

ОКСТУ 0309

Срок действия с 01.07.89
до 01.07.99

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы, торф, продукты механической и термической переработки, кроме кокса (далее — твердое топливо) и устанавливает методы определения углерода и водорода ускоренным методом и методом Либиха.

Пояснения к терминам, применяемым в стандарте, приведены в приложении.

При возникновении разногласий определение производят по методу Либиха.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб для испытаний по ГОСТ 10742—71, ГОСТ 11303—75 и ГОСТ 23083—78.

1.2. Определение массовой доли общей влаги по ГОСТ 27314—87, ГОСТ 11305—83, ГОСТ 27589—88, диоксида углерода карбонатов минеральной массы по ГОСТ 13455—76 и зольности по ГОСТ 11022—75 и ГОСТ 11306—83.

2. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА И ВОДОРОДА

Метод основан на полном сжигании навески топлива в быстром токе кислорода (180—200 $см^3$/мин) в присутствии твердого окислителя (оксид меди или хрома), при условии продвижения зоны нагрева лодочки с навеской навстречу току кислорода и после-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

дующем гравиметрическом определении массы образующихся при этом диоксида углерода и воды.

2.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Трубка для сжигания из плавленого кварцевого или термостойкого стекла длиной от 750 до 1000 мм, внутренним диаметром от 15 до 20 мм и толщиной стенок 1,5—2,5 мм.

Лодочка для сжигания фарфоровая неглазурованная ЛС 1 или ЛС 2 по ГОСТ 9147—80 или кварцевая длиной (70±10) мм.

Печи трубчатые электрические с внутренним диаметром от 25 до 40 мм для раздельного нагрева отдельных частей трубки для сжигания. Установка для определения углерода и водорода состоит из трех печей, каждая из которых обеспечивает устойчивый нагрев определенного участка трубки до заданной температуры: первая — до 925°С (длина рабочей зоны печи от 150 до 180 мм), вторая — до 800°С (от 330 до 350 мм), третья — до 500°С (от 130 до 150 мм).

В середине кожуха каждой печи должно быть предусмотрено отверстие для помещения термопары, диаметром 9—10 мм и глубиной, равной 0,7—0,8 толщины изоляционного слоя. Термопару укрепляют в отверстии так, чтобы ее горячий спай не касался дна отверстия. Допускается использовать печи электрические для микроанализа типа СУОЛ 0,25.1,1/12МР с длиной рабочей зоны 110 мм и внутренним диаметром 25 мм. В этом случае установка для определения углерода и водорода состоит из четырех печей, длина рабочих зон которых, соответственно, составляют: первой — 110 мм, второй (две печи) — 220 мм, третьей — 110 мм.

Муфта нагревательная электрическая с внутренним диаметром 25—40 мм и длиной 40—45 мм, обеспечивающая нагрев до 200°С.

Реометр стеклянный лабораторный для поддержания постоянного расхода кислорода в пределах от 180 до 220 $см^3$/мин по ГОСТ 9932—75.

Вентиль запорно-регулировочный с игольчатым затвором, обеспечивающий тонкую регулировку подачи кислорода в систему.

Устройство для очистки кислорода от воды и диоксида углерода (далее — очистительная система), состоящее из сосудов, наполненных соответствующими реагентами.

В качестве сосудов очистительной системы применяют:
трубки стеклянные типа ТХ-U-2—200 по ГОСТ 25336—82;
склянки типа СВТ и СН-2 по ГОСТ 25336—82.

Вместимость сосудов должна быть достаточна, для того, чтобы смену реагентов производить не чаще, чем через 100 определений.

Устройство для поглощения воды и диоксида углерода, выделяющихся при сжигании пробы (далее — поглотительная система), состоящее из сосудов, наполненных соответствующими реагентами.

Сосуды поглотительной системы должны отвечать следующим требованиям:

поглощение образующихся паров воды и диоксида углерода должно быть полным;

масса сосуда с поглотителем не должна превышать 190 г.

В качестве сосудов поглотительной системы используют:

трубки стеклянные типа ТХ-U-2—150 по ГОСТ 25336—82;

прибор ПС по ГОСТ 25336—82;

прибор ПГ по ГОСТ 25336—82.

Пробирка стеклянная с пришлифованной пробкой для хранения лодочки с навеской.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Тигель фарфоровый № 6 по ГОСТ 9147—80.

Термопара с отсчетом показаний по милливольтметру.

Крючок из жароупорной проволоки, с помощью которого помещают и извлекают из трубки для сжигания лодочку.

Трубки резиновые с внутренним диаметром 2—3 мм по ГОСТ 5496—78.

Пробки резиновые.

Палочки стеклянные длиной 20—30 мм и диаметром 4—5 мм.

Счетчик пузырьков — сосуд, предназначенный для контроля за скоростью тока кислорода. Для предотвращения попадания атмосферной влаги в установку счетчик пузырьков заполняют серной кислотой. Допускается заполнять счетчик пузырьков 1%-ным раствором хлористого палладия для контроля за полнотой сгорания (в присутствии CO раствор мутнеет и темнеет).

Аскарит (натронный асбест) с размером гранул от 1,5 до 5 мм и от 0,7 до 1,2 мм в зависимости от применяемых сосудов в очистительной и поглотительной системах.

По мере отработки аскарита изменяется цвет: коричневый переходит в белый.

Магний хлорнокислый, ($Mg(ClO_4)_2$), безводный (ангидрон), с размером гранул от 1,5 до 5 мм, и от 0,7 до 1,2 мм в зависимости от применяемых сосудов в очистительной и поглотительной системах.

По мере отработки ангидрон оплавляется, из-за взрывоопасности регенерации не подлежит.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, $d=1{,}84$ г/см^3.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80, раствор 40%-ный водный.

Меди оксид (II) (CuO) гранулированный по ГОСТ 16539—79 или в виде проволоки.

Сетка медная. Ее предварительно окисляют, прокаливая в окислительном пламени газовой горелки, в токе кислорода или в муфеле.

Меди оксид (II) (CuO) порошкообразный по ГОСТ 16539—79, прокаливают при температуре 800°С в течение 2 ч и хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

Хрома оксид (III) (Cr_2O_3) порошкообразный, прокаливают при температуре 750—800°С в течение 1,5—2 ч и хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

Свинец хромовокислый ($PbCrO_4$) гранулированный по ГОСТ 4524—78 или плавленый с размером гранул от 1,2 до 5 мм.

Свинец хромовокислый плавленый, готовят из порошкообразного хромовокислого свинца, который насыпают в фарфоровые тигли (не более половины объема) и расплавляют в муфельной печи при температуре 850—900°С. Затем осторожно выливают на металлический противень. Застывшую массу измельчают до получения кусков размером 2—5 мм.

Свинца диоксид (IV) (PbO_2) гранулированный по ГОСТ 4216—78 или серебряная вата или сетка из серебряной проволоки.

Вата стеклянная или хлопковая.

Кислород в баллоне газообразный по ГОСТ 5583—78, полученный методом глубокого охлаждения воздуха. Применение кислорода, полученного методом электролиза воды, не допускается.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341—75.

Кислота салициловая.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521—78.

Сахароза по ГОСТ 5833—75.

Кислоты янтарную, салициловую, бензойную и сахарозу высушивают при 105—110°С и хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

Асбест волокнистый, прокаленный при температуре 850°С. Хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Подготовка трубки для сжигания*

2.2.1.1. В трубке для сжигания выделяют три основные зоны: зона горения — незаполненная часть трубки, в которую помещают лодочку с навеской; зона доокисления — наполненная твердым окислителем (оксид меди); зона очистки газов сгорания — наполненная для поглощения оксидов серы хромовокислым свинцом и для поглощения хлора — серебряной сеткой или диоксидом свинца. Эти зоны отделяют друг от друга пробками из окисленной медной сетки или из прокаленного волокнистого асбеста.

2.2.1.2. Установление температуры нагрева внутри трубки.

Соответствие температуры, измеряемой термопарой, находящейся в кожухе печи, температуре внутри трубки для сжигания устанавливают с помощью контрольной термопары.

Контрольную термопару помещают в пустую трубку так, чтобы ее спай находился в середине испытуемой печи. Термопары присоединяют к потенциометру или милливольтметру.

Постепенно нагревая электропечь до необходимой температуры, записывают через каждые 10°С показания термопары, находящейся в кожухе и соответствующие им показания контрольной термопары.

Для каждой печи строят график зависимости температуры в кожухе от фактической температуры внутри трубки для сжигания.

2.2.1.3. Заполнение трубки производят с конца, обращенного к поглотительной системе.

Трубку для сжигания длиной 800 мм и внутренним диаметром 15—20 мм делят на участки следующих размеров:

10 мм — пространство для резиновой пробки;
50 мм — свободное пространство;
10 мм — пробка из медной сетки;
150 мм — хромовокислый свинец;
10 мм — пробка из медной сетки;
350 мм — оксид меди;
10 мм — пробка из медной сетки;
200 мм — свободное пространство, в которое помещают лодочку с навеской;
10 мм — пространство для резиновой пробки.

При применении четырех печей типа СУОЛ 0,25.1,1/12МР длина слоя хромовокислого свинца составляет 110 мм, а оксида меди — 220 мм.

Оба конца трубки для сжигания закрывают резиновыми пробками со вставленными в них оплавленными на концах стеклянными палочками.

2.2.1.4. Масса оксида меди должна быть не менее 50 г, а хромовокислого свинца не менее 25 г. В этом случае достигается проведение не менее 100 определений без замены реагентов.

2.2.1.5. При анализе топлив, содержащих более 0,2% хлора, в свободное пространство трубки, обращенного к поглотительной системе помещают пробку из серебряной сетки или ваты длиной 20—30 мм или насыпают слой (20—30 мм) гранулированного диоксида свинца и вставляют пробку из медной сетки (10 мм).

2.2.2. *Сборка очистительной системы*

Наполняют сосуды очистительной системы поглотителями и устанавливают их в следующем порядке по ходу кислорода:

ангидроном или серной кислотой — для поглощения влаги, содержащейся в кислороде;

аскаритом или раствором гидроксида калия для поглощения диоксида углерода, содержащегося в кислороде;

ангидроном или серной кислотой — для поглощения воды, выделяющейся при реакции между диоксидом углерода и аскаритом или из раствора гидроксида калия.

2.2.3. *Сборка поглотительной системы*

Наполняют сосуды поглотительной системы соответствующими поглотителями и устанавливают их в следующем порядке по ходу газов сгорания:

ангидроном или серной кислотой — для поглощения воды, выделяющейся при сгорании топлива;

аскаритом или раствором гидроксида калия — для поглощения диоксида углерода, выделяющегося при сгорании топлива. Для обеспечения полноты поглощения диоксида углерода последовательно соединяют два сосуда, причем второй является контрольным.

Для поглощения воды, выделяющейся при реакции между диоксидом углерода и аскаритом или из раствора гидроксида калия контрольный сосуд на $^1/_3$ наполняют ангидроном.

Примечания:

1. В очистительной и поглотительной системах должны применяться одни и те же реактивы для поглощения воды и диоксида углерода.

2. При сборке установки все соединения выполняют встык «стекло к стеклу» при помощи толстостенной эластичной резиновой трубки. Боковые отводы сосудов очистительной и поглотительной систем должны иметь одинаковый наружный диаметр.

2.2.4. *Подготовка сосудов поглотительной системы*

После наполнения сосудов поглотительной системы свежими реагентами сосуды присоединяют к установке, находящейся в рабочем состоянии и продувают кислородом в течение 20 мин. Скорость тока кислорода должна быть такая же, как при проведении анализа. Затем на концы соединительных отростков поглотительных приборов надевают отрезки резиновых трубок, закрытые с одной стороны оплавленными стеклянными палочками.

После продувки поглотительные приборы находятся в рабочем состоянии: наполнены кислородом и отсоединены от атмосферы воздуха.

2.2.5. *Взвешивание поглотительных приборов*

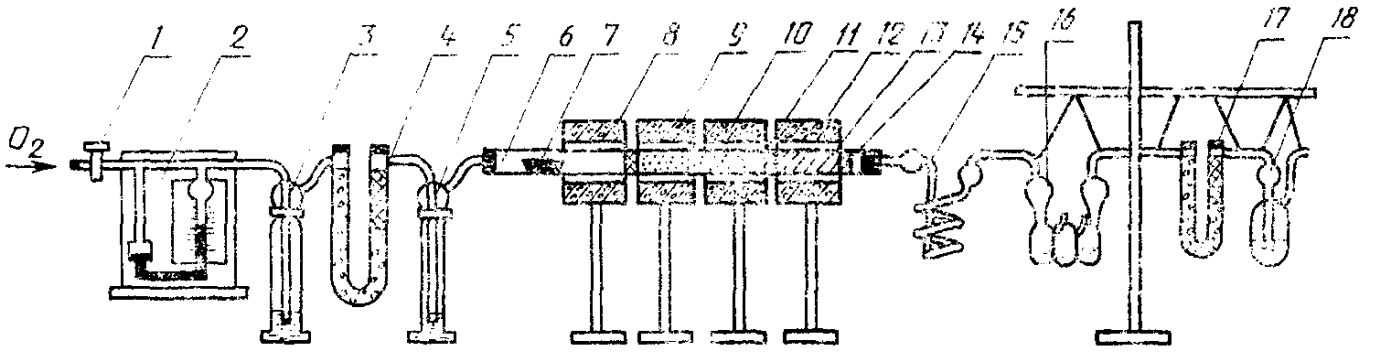
Порядок взвешивания поглотительных приборов до и после анализа должен быть одинаков.

Перед взвешиванием поглотительные приборы должны находиться в рабочем состоянии около весов в течение 20 мин. Затем каждый прибор быстро взвешивают, сняв на время взвешивания резиновые трубки со стеклянными палочками. После взвешивания приборы быстро закрывают с двух сторон резиновыми трубками со вставленными в них стеклянными палочками.

2.2.6. *Сборка установки*

Установку для ускоренного определения углерода и водорода собирают в соответствии со схемой, приведенной на черт. 1.

Схема установки для определения углерода и водорода ускоренным методом



1 — кран тонкой регулировки на линии подачи кислорода; *2* — реометр для измерения скорости тока кислорода; *3, 4, 5* — система очистки кислорода; *6* — трубка для сжигания; *7* — лодочка с навеской; *8, 9, 10, 12* — электропечи типа СУОЛ 0,25.1.1/12МР; *11* — гранулированный оксид меди или оксид хрома; *13* — плавленый хромовокислый свинец; *14* — пробка из медной сетки или из прокаленного волокнистого асбеста; *15, 16, 17* — поглотительная система; *18* — счетчик пузырьков с концентрированной серной кислотой

Черт. 1

Если установка состоит из трех печей, то вторую печь помещают над оксидом меди, третью — над хромовокислым свинцом, а первую — вплотную ко второй над свободным пространством трубки.

Если установка состоит из четырех печей типа СУОЛ 0,25.1,1/ /12МР, то вторую и третью печи помещают над оксидом меди, четвертую — над хромовокислым свинцом, а первую — вплотную к второй над свободным пространством трубки.

Первая печь во всех случаях может свободно перемещаться вдоль трубки.

2.2.7. *Проверка установки на герметичность*

Для проверки установки на герметичность к трубке для сжигания присоединяют поглотительную систему и пропускают ток кислорода (1—2 пузырька в секунду), не включая обогрев печей, и, закрыв открытый конец последнего по ходу кислорода сосуда. В герметичной системе через 3—4 мин ток кислорода через установку должен прекратиться. Если это условие не обеспечивается, установку проверяют на герметичность по частям, начиная с конца поглотительной системы, и устраняют неисправность.

2.2.8. *Прокаливание трубки для сжигания*

Прокаливание трубки для сжигания проводят для удаления влаги и очистки реагентов от органических загрязнений.

К трубке для сжигания присоединяют прибор, сосуд — счетчик пузырьков. Нагревают печи как указано в п. 2.1. Прокаливание трубки ведут при скорости тока кислорода 180—200 $см^3$/мин в течение 3—4 ч.

После заполнения трубки для сжигания свежими реагентами проверяют герметичность системы, прокаливают трубку для сжигания в токе кислорода и проводят контрольное определение.

2.2.9. *Проведение контрольного определения*

Целью контрольного определения является оценка чистоты трубки для сжигания после прокаливания.

Присоединяют подготовленные по п. 2.2.4 и взвешенные по п. 2.2.5 поглотительные приборы к установке и пропускают ток кислорода в течение 2 ч при рабочих температурах печей (см. п. 2.1). Поглотительные приборы взвешивают. Изменение массы сосуда для поглощения воды не должно превышать 1,0 мг, а для поглощения диоксида углерода — 0,5 мг.

В противном случае продолжают прокаливание трубки до получения указанных изменений массы поглотительных приборов.

В установке, подготовленной для анализа, сжигают химически чистое вещество известного состава. Разрешается использовать янтарную, салициловую, бензойную кислоты или сахарозу квалификации ч.д.а., предварительно высушенные и хранящиеся в эксикаторе над осушающим веществом.

Содержание углерода и водорода не должно отличаться от известного состава вещества более чем на 0,15% для водорода и 0,3% для углерода.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску топлива массой от 0,2 до 0,3 г, взятую из тщательно перемешанной аналитической пробы, помещают в предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную лодочку. Топливо равномерно распределяют по дну лодочки.

Поверх навески насыпают порошкообразный оксид меди или оксид хрома до верхнего края лодочки и слегка уплотняют.

Лодочку с навеской помещают в пробирку для хранения навески с притертой пробкой.

Одновременно из той же аналитической пробы берут навески для определения массовой доли аналитической влаги и зольности топлива.

2.3.2. До начала определения установку приводят в рабочее состояние:

первую печь вплотную придвигают ко второй печи и устанавливают температуру первой печи в зависимости от выхода летучих веществ анализируемого топлива: (850±10)°С при $V^{daf}>15\%$ и (925±10)°С при $V^{daf}<15\%$; температуру второй печи (или второй и третьей, если применяют печи типа СУОЛ) устанавливают (800±10)°С, третьей (или четвертой) — (500±10)°С;

устанавливают скорость тока кислорода 180—200 см³/мин;

присоединяют приборы поглотительной системы согласно п. 2.2.3, продувают установку кислородом в течение 20 мин, отсоединяют поглотительные приборы и взвешивают их по п. 2.2.5.

Примечание. При анализе топлив с содержанием хлора более 0,2% в конце трубки для сжигания над поглотителями хлора помещают электрическую муфту и устанавливают температуру (200±10)°С при поглощении хлора диоксидом свинца и (150±10)°С — при поглощении хлора серебряной сеткой или ватой.

2.3.3. Присоединяют поглотительные приборы согласно п. 2.2.3. Открывают трубку для сжигания со стороны, обращенной к очистительной системе, помещают в трубку лодочку с навеской на расстоянии 1—2 см от переднего края первой печи и плотно соединяют трубку с очистительной системой.

2.3.4. Процесс сжигания навески регулируют только изменением положения первой печи. Положение второй, третьей (и четвертой) печей не меняют в течение всего определения.

2.3.5. Передвигают первую печь навстречу тока кислорода с такой скоростью, чтобы через 2 мин после начала сжигания лодочка находилась в центре рабочей зоны печи. Продолжительность сжигания в этом положении 8—10 мин. Затем в течение 1 мин передвигают печь навстречу тока кислорода до начала трубки.

Для того, чтобы полностью вытеснить газы сжигания из трубки передвигают первую печь по ходу кислорода, выдерживая ее 4—5 мин над лодочкой и за 2—3 мин перемещая ее в исходное положение (вплотную ко второй печи). Общая продолжительность сжигания составляет около 20 мин.

2.3.6. Поглотительные сосуды отсоединяют, закрывают боковые отводы резиновыми трубками со вставленными в них оплавленными стеклянными палочками и взвешивают по п. 2.2.5.

После отсоединения сосудов открытый конец трубки для сжигания немедленно соединяют с сосудом — счетчиком пузырьков.

Затем уменьшают ток кислорода, выключают электрический ток в печах и после полного остывания печей, прекращат подачу кислорода.

2.3.7. При проведении серии анализов после окончания сгорания навески пробы первую печь не выключают и оставляют ее плотно придвинутой ко второй печи, т. е. в положении исходном для следущего анализа.

Открывают трубку для сжигания со стороны очистительной системы и с помощью крючка из жаропрочной проволоки осторожно вынимают лодочку с навеской, затем лодочку освобождают от золы и порошка оксида меди или хрома.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УГЛЕРОДА И ВОДОРОДА МЕТОДОМ ЛИБИХА

Метод основан на полном сжигании навески топлива в медленном токе кислорода (50—70 $см^3$/мин) при условии продвижения зоны нагрева лодочки с навеской по ходу тока кислорода и последующем гравиметрическом определении массы образующихся при этом диоксида углерода и воды.

3.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Трубка для сжигания из плавленого кварцевого или термостойкого стекла длиной от 1000 до 1100 мм, внутренним диаметром от 15 до 22 мм и толщиной стенок 1,5—2,5 мм.

Конец трубки, обращенный к поглотительной системе, может быть оттянут таким образом, чтобы наружный диаметр составил 4—5 мм при внутреннем 2—3 мм и длине 40—60 мм.

Лодочка для сжигания фарфоровая неглазурованная ЛС 1 или ЛС 2 по ГОСТ 9147—80 или кварцевая длиной (70±10) мм.

Печи трубчатые электрические с внутренним диаметром от 25 до 40 мм для раздельного нагрева отдельных частей трубки для сжигания. Установка для определения углерода и водорода состоит из трех печей, каждая из которых обеспечивает устойчивый нагрев определенного участка трубки до заданной температуры: первая до 925°С (длина рабочей зоны печи от 150 до 180 мм), вторая — до 800°С (от 330 до 350 мм), третья — до 500°С (от 130 до 150 мм).

В середине кожуха каждой печи должно быть предусмотрено отверстие для помещения термопары, диаметром 9—10 мм и глубиной, равной 0,7—0,8 толщины изоляционного слоя. Термопару укрепляют в отверстии так, чтобы ее горячий спай не касался дна отверстия.

Реометр стеклянный лабораторный для поддержания постоянного расхода кислорода в пределах от 50 до 70 $см^3$/мин по ГОСТ 9932—75.

Склянка 5—20 (газометр) по ГОСТ 25336—82.

Устройство для очистки кислорода от воды и диоксида углерода (далее — очистительная система), состоящее из сосудов, наполненных соответствующими реагентами.

В качестве сосудов очистительной системы применяют:

трубки стеклянные типа ТХ-U-2—200 по ГОСТ 25336—82;

склянки типа СВТ и СН-2 по ГОСТ 25336—82.

Вместимость сосудов должна быть достаточна, для того, чтобы смену реагентов производить не чаще, чем через 100 определений.

Устройство для поглощения воды и диоксида углерода, выделяющихся при сжигании пробы (далее — поглотительная система), состоящее из сосудов, наполненных соответствующими реагентами.

Сосуды поглотительной системы должны отвечать следующим требованиям:

поглощение образующихся паров воды и диоксида углерода должно быть полным;

масса сосуда с поглотителем не должна превышать 190 г.

В качестве сосудов поглотительной системы используют:

трубки стеклянные типа ТХ-U-2—150 по ГОСТ 25336—82;

прибор ПС по ГОСТ 25336—82;

прибор ПГ по ГОСТ 25336—82.

Пробирка стеклянная с пришлифованной пробкой для хранения лодочки с навеской.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Тигель фарфоровый № 6 по ГОСТ 9147—80.

Чашка фарфоровая № 7 по ГОСТ 9147—80.

Крючок из жароупорной проволоки, с помощью которого помещают и извлекают из трубки для сжигания лодочку и пробку из медной сетки.

Трубки резиновые с внутренним диаметром 2—3 мм по ГОСТ 5496—78.

Пробки резиновые.

Палочки стеклянные длиной 20—30 мм и диаметром 4—5 мм.

Термопара с отсчетом показаний по милливольтметру.

Муфта нагревательная электрическая с внутренним диаметром 25—40 мм и длиной 40—45 мм, обеспечивающая нагрев до 200°С, или газовая горелка, или спиртовка.

Счетчик пузырьков — сосуд, предназначенный для контроля за скоростью тока кислорода. Для предотвращения попадания атмосферной влаги в установку счетчик пузырьков заполняют серной кислотой. Допускается заполнять счетчик пузырьков 1%-ным раствором хлористого палладия для контроля за полнотой сгорания (в присутствии CO раствор мутнеет и темнеет).

Аскарит (натронный асбест) с размером гранул от 1,5 до 5 мм и от 0,7 до 1,2 мм в зависимости от применяемых сосудов в очистительной и поглотительной системах.

По мере отработки аскарита изменяется цвет: коричневый переходит в белый.

Магний хлорнокислый, ($Mg(ClO_4)_2$), безводный (ангидрон), с размером гранул от 1,5 до 5 мм и от 0,7 до 1,2 мм в зависимости от применяемых сосудов в очистительной и поглотительной системах.

По мере отработки ангидрон оплавляется, из-за взрывоопасности регенерации не подлежит.

Марганца диоксид (MnO_2), гранулированный.

Диоксид марганца готовят из сульфата марганца, который растворяют в воде, подщелачивают разбавленным раствором аммиака и в кипящий раствор добавляют небольшими порциями порошкообразный персульфат аммония до полного осаждения диоксида марганца. Осадок отфильтровывают через плотный фильтр, промывают декантацией последовательно водой, разбавленной серной кислотой и снова водой до освобождения от серной кислоты. Мокрый осадок переносят в фарфоровую чашку, выпаривают до влажного состояния, формуют в лепешку, высушивают в сушильном шкафу, осторожно измельчают и просеивают для отделения гранул от 0,7 до 1,2 мм.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, d=1,84.

Калия диоксид по ГОСТ 24363—80, раствор 40%-ный водный.

Меди оксид (II) (CuO) гранулированный по ГОСТ 16539—79 или в виде проволоки.

Сетка медная. Ее предварительно окисляют, прокаливая в окислительном пламени газовой горелки, в токе кислорода или в муфеле.

Свинец хромовокислый ($PbCrO_4$) по ГОСТ 4524—78 гранулированный или плавленый с размером гранул от 1,2 до 5 мм.

Свинец хромовокислый плавленый готовят из порошкообразного хромовокислого свинца, который насыпают в фарфоровые тигли (не более половины объема) и расплавляют в муфельной печи при температуре 850—900°С. Затем с помощью тигельных щипцов расплав быстро, но осторожно выливают на металлический про-

тивень. Застывшую массу измельчают до получения кусков размером 2—5 мм.

Свинца диоксид (IV) (PbO_2) гранулированный по ГОСТ 4216—78 или сетка из серебряной проволоки, или серебряная вата.

Вата стеклянная или хлопковая.

Кислород в баллоне газообразный по ГОСТ 5583—78, полученный методом глубокого охлаждения воздуха. Применение кислорода, полученного методом электролиза воды, не допускается.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341—75.

Кислота салициловая.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521—78.

Сахароза по ГОСТ 5833—75.

Кислоты янтарную, салициловую, бензойную и сахарозу высушивают при 105—110°С и хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

Асбест волокнистый, прокаленный при температуре 850°С. Хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Подготовка трубки для сжигания*

3.2.1.1. В трубке для сжигания выделяют три основные зоны: зона горения — незаполненная часть трубки, в которую помещают лодочку с навеской; зона доокисления — наполненная твердым окислителем (оксид меди) для обеспечения полноты сгорания; зона очистки газов сгорания — наполненная хромовокислым свинцом с серебряной сеткой или диоксидом свинца. Эти зоны отделяют друг от друга пробками из окисленной медной сетки или из прокаленного волокнистого асбеста.

3.2.1.2. Установление температуры нагрева внутри трубки.

Соответствие температуры, измеряемой термопарой, находящейся в кожухе печи, температуре внутри трубки для сжигания устанавливают с помощью контрольной термопары.

Контрольную термопару помещают в пустую трубку так, чтобы ее спай находился в середине испытуемой печи. Термопары присоединяют к потенциометру или милливольтметру.

Постепенно нагревая электропечь до необходимой температуры, записывают через каждые 10°С показания термопары, находящейся в кожухе и соответствующие им показания контрольной термопары.

Для каждой печи строят график зависимости температуры в кожухе от фактической температуры внутри трубки для сжигания.

3.2.1.3. Заполнение трубки производят с конца, обращенного к поглотительной системе.

Трубку для сжигания длиной 1000 мм и внутренним диаметром 18—20 мм делят на участки следующих размеров:

20 мм — пространство для резиновой пробки;

100 мм — свободное пространство;

30 мм — пробка из медной сетки;
150 мм — хромовокислый свинец;
30 мм — пробка из медной сетки;
350 мм — оксид меди;
30 мм — пробка из медной сетки;
150 мм — свободное пространство, в которое помещают лодочку с навеской;
100 мм — рулон из медной сетки;
20 мм — пространство для резиновой пробки.

Оба конца трубки для сжигания закрывают резиновыми пробками со вставленными в них оплавленными на концах стеклянными палочками.

Если трубка для сжигания имеет обращенный к поглотительной системе оттянутый конец, то вместо резиновой пробки на оттянутый конец надевают резиновую трубку для присоединения поглотительной системы и закрывают ее оплавленной на концах стеклянной палочкой.

3.2.1.4. Масса оксида меди должна быть не менее 50 г, а хромовокислого свинца не менее 25 г. В этом случае достигается проведение не менее 100 определений без замены реагентов.

3.2.1.5. При анализе топлив, содержащих более 0,2 % хлора в свободное пространство конца трубки, обращенного к поглотительной системе помещают пробку из серебряной сетки длиной 30 мм или насыпают слой (20—30 мм) гранулированного диоксида свинца и вставляют пробку из медной сетки (20 мм).

3.2.2. *Газометр наполняют кислородом*

3.2.3. *Сборка очистительной системы*

Наполняют сосуды очистительной системы поглотителями и устанавливают их в следующем порядке по ходу кислорода:

ангидроном или серной кислотой — для поглощения влаги, содержащейся в кислороде;

аскаритом или раствором гидроксида калия для поглощения диоксида углерода, содержащегося в кислороде;

ангидроном или серной кислотой — для поглощения воды, выделяющейся при реакции между диоксидом углерода и аскаритом или из раствора гидроксида калия.

3.2.4. *Сборка поглотительной системы*

Наполняют сосуды поглотительной системы соответствующими поглотителями и устанавливают их в следующем порядке по ходу газов сгорания:

ангидроном или серной кислотой — для поглощения воды, выделяющейся при сгорании топлива;

гранулированным диоксидом марганца — для поглощения оксидов азота;

ангидроном — для поглощения воды, выделяющейся из диоксида марганца;

аскаритом или раствором гидроксида калия — для поглощения диоксида углерода, выделяющегося при сгорании топлива. Для обеспечения полноты поглощения диоксида углерода последовательно соединяют два сосуда, причем второй является контрольным.

Для поглощения воды, выделяющейся при реакции между диоксидом углерода и аскаритом или из раствора гидроксида калия контрольный сосуд на $^1/_3$ наполняют ангидроном.

Примечания:

1. В очистительной и поглотительной системах должны применяться одни и те же реактивы для поглощения воды и диоксида углерода.

2. При сборке установки все соединения выполняют встык «стекло к стеклу» при помощи толстостенной эластичной резиновой трубки. Боковые отводы сосудов очистительной и поглотительной систем должны иметь одинаковый наружный диаметр.

3.2.5. *Подготовка сосудов поглотительной системы*

После наполнения сосудов поглотительной системы свежими реагентами сосуды присоединяют к установке, находящейся в рабочем состоянии и продувают кислородом в течение 20 мин. Скорость тока кислорода должна быть такая же, как при проведении анализа. Затем на концы соединительных отростков поглотительных приборов надевают отрезки резиновых трубок, закрытые с одной стороны оплавленными палочками.

После продувки поглотительные приборы находятся в рабочем состоянии: наполнены кислородом и отсоединены от атмосферы воздуха.

3.2.6. *Взвешивание поглотительных приборов*

Порядок взвешивания поглотительных приборов до и после анализа должен быть одинаков.

Перед взвешиванием поглотительные приборы должны находиться в рабочем состоянии около весов в течение 20 мин. Затем каждый прибор быстро взвешивают, сняв на время взвешивания резиновые трубки со стеклянными палочками. После взвешивания приборы быстро закрывают с двух сторон резиновыми трубками со вставленными в них стеклянными палочками.

3.2.7. *Сборка установки*

Установку для определения углерода и водорода собирают в соответствии со схемой, приведенной на черт. 2.

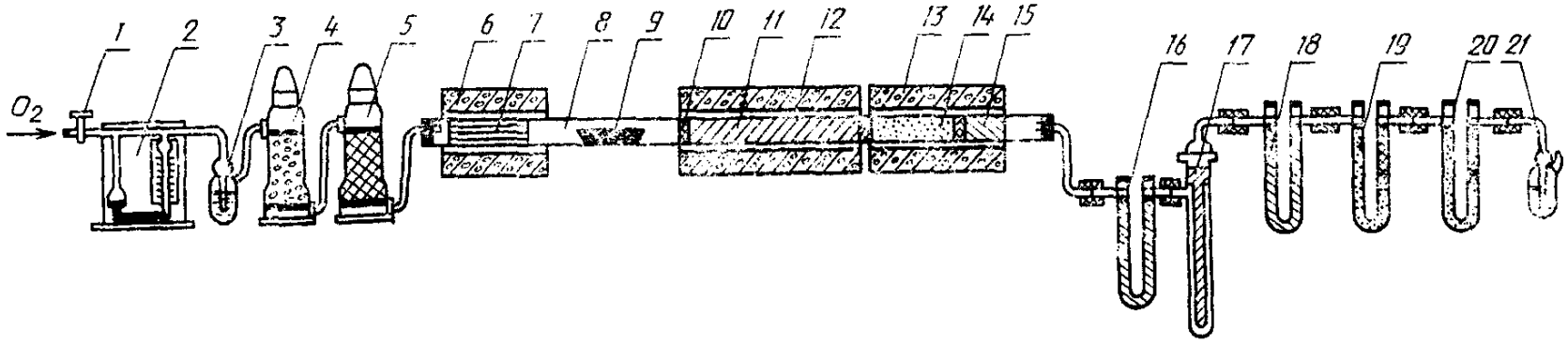
Устанавливают печи так, чтобы первая находилась над первой пробкой из медной сетки (по ходу кислорода), вторая печь — над оксидом меди, третья — над хромовокислым свинцом. Муфту помещают в конце трубки для сжигания над реактивами для поглощения хлора.

Первая печь может свободно перемещаться вдоль трубки.

3.2.8. *Проверка установки на герметичность*

Для проверки установки на герметичность к трубке для сжигания присоединяют поглотительную систему и пропускают ток

Схема установки для определения углерода и водорода по методу Либиха



1 — кран для регулировки расхода кислорода; *2* — расходомер; *3, 4, 5* — система очистки кислорода; *6* — печь первая; *7* — рулон из медной сетки; *8* — трубка для сжигания; *9* — лодочка с навеской; *10* — пробка из медной сетки; *11* — оксид меди; *12* — печь вторая; *13* — печь третья; *14* — свинец хромовокислый; *15* — рулон из серебряной сетки; *16, 17, 18, 19, 20* — поглотительная система; *21* — счетчик пузырьков, наполненный концентрированной серной кислотой

Черт. 2

кислорода (1—2 пузырька в секунду), не включая обогрев печей, и закрыв открытый конец последнего по ходу кислорода сосуда.

В герметичной системе через 3—4 мин ток кислорода через установку должен прекратиться. Если это условие не обеспечивается, установку проверяют на герметичность по частям, начиная с поглотительной системы, и устраняют неисправность.

3.2.9. *Прокаливание трубки для сжигания*

Прокаливание трубки для сжигания проводят для удаления влаги и очистки реагентов от органических загрязнений.

К трубке для сжигания присоединяют прибор, сосуд — счетчик пузырьков. Нагревают печи как указано в п. 3.1. Прокаливание трубки ведут при скорости тока кислорода 50—70 см³/мин (2—3 пузырька в секунду) в течение 3—4 ч.

После заполнения трубки для сжигания свежими реагентами проверяют герметичность системы, прокаливают трубку для сжигания в токе кислорода и проводят контрольное определение.

3.2.10. *Проведение контрольного определения*

Целью контрольного определения является оценка чистоты трубки для сжигания после прокаливания.

Присоединяют подготовленные по п. 3.2.5 и взвешенные по п. 3.2.6 поглотительные приборы к установке и пропускают ток кислорода в течение 2 ч при рабочих температурах печей (см. п. 3.1). Поглотительные приборы снова взвешивают. Изменение массы сосуда для поглощения воды не должно превышать 1,0 мг, а для поглощения диоксида углерода — 0,5 мг.

В противном случае продолжают прокаливание трубки до получения указанных изменений массы поглотительных приборов.

3.2.11. В установке, подготовленной для анализа, сжигают химически чистое вещество известного состава. Разрешается использовать янтарную, салициловую, бензойную кислоты или сахарозу квалификации ч.д.а., предварительно высушенные и хранящиеся в эксикаторе над осушающим веществом.

Содержание углерода и водорода не должно отличаться от известного состава вещества более чем на 0,15% для водорода и 0,3% для углерода.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску топлива массой от 0,3 до 0,5 г, взятую из тщательно перемешанной аналитической пробы, помещают в предварительно прокаленную до постоянной массы и взвешенную лодочку. Топливо равномерно распределяют по дну лодочки.

Лодочку с навеской помещают в пробирку для хранения навески с притертой пробкой.

Одновременно из той же аналитической пробы берут навески для определения содержания влаги и зольности топлива.

3.3.2. До начала определения установку приводят в рабочее состояние:

поднимают температуру печей до заданного режима;

температуру первой печи доводят до 300—400°С, второй — до (800±10)°С, третьей — до (500±10)°С;

устанавливают скорость тока кислорода 50—70 см³/мин (2—3 пузырька в секунду);

присоединяют приборы поглотительной системы, продувают установку кислородом в течение 20 мин, отсоединяют поглотительные приборы и взвешивают их по п. 3.2.6.

3.3.3. Присоединяют поглотительные приборы согласно п. 3.2.5 и сосуд — счетчик пузырьков для контроля скорости тока кислорода.

Открывают трубку для сжигания со стороны, обращенной к очистительной системе, вынимают рулон из медной сетки. Помещают в трубку лодочку с навеской между первой и второй печью, вставляют снова рулон из медной сетки и плотно соединяют трубку с очистительной системой.

3.3.4. Температуру неподвижно стоящих второй и третьей печей не меняют в течение всего определения.

Температуру муфты устанавливают 105—110°С при анализе топлив с содержанием хлора менее 0,2%, 200°С — при поглощении хлора диоксидом свинца, 150°С — при поглощении хлора серебряной сеткой или ватой.

3.3.5. Режим сжигания навески устанавливают в зависимости от выхода летучих веществ анализируемого топлива и регулируют изменением температуры первой печи и положением этой печи по отношению к лодочке с навеской.

Температура первой печи, ее положение по отношению к лодочке с навеской топлива и время выдерживания печи в этом положении указаны в табл. 1.

Примечания:

1. Температуру от 300 до 600°С и от 400 до 700°С, а также выше повышают равномерно в течение времени, указанного в табл. 1.

2. При анализе горючих сланцев и продуктов термической переработки топлив продолжительность прокаливания, при лодочке, полностью закрытой печью, устанавливают 60 мин, а температуру повышают до 925°С.

Таблица 1

V^{daf}	У переднего конца лодочки		Надвинута на 1/3 длины лодочки		Надвинута на 2/3 длины лодочки		Полностью покрывает лодочку	
	Время, мин	Температура, °С	Время, мин	Температура, °С	Время, мин	Температура, °С	Время, мин	Температура, °С
Св. 15	5	300	40	300÷600	10	600÷800	40	800
До 15	5	400	60	400÷700	10	700÷800	60	800

3.3.6. В процессе сжигания сохраняют равномерный ток кислорода в системе. В период интенсивного горения навески скорость тока кислорода в поглотительной системе резко снижается, в этот период увеличивают скорость подачи кислорода, доводя ее в поглотительной цепи до 2—3 пузырьков в секунду.

3.3.7. За 10 мин до окончания испытания первую печь вплотную пододвигают ко второй, а нагретую муфту постепенно передвигают к концу трубки, сгоняя сконденсировавшуюся влагу в сосуд для поглощения воды.

При содержании хлора менее 0,2% вместо муфты можно использовать газовую горелку или спиртовку для предотвращения конденсации влаги в трубке.

3.3.8. После полного сгорания пробы первую печь помещают над первой пробкой из медной сетки, которую прокаливают несколько минут, а затем первую печь выключают.

3.3.9. Поглотительные сосуды отсоединяют, закрывают боковые отводы резиновыми трубками со вставленными в них оплавленными стеклянными палочками и взвешивают (п. 3.2.6).

После отсоединения сосудов открытый конец трубки для сжигания немедленно соединяют с сосудом — счетчиком пузырьков.

3.3.10. Тщательно исследуют золу в лодочке. При обнаружении несгоревших частиц анализ повторяют.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Массовую долю общего углерода в аналитической пробе топлива (C_t^a) в процентах вычисляют по формуле

$$C_t^a = \frac{m}{m_1} \cdot 0{,}2729 \cdot 100,$$

где m — суммарное увеличение массы сосудов, предназначенных для поглощения диоксида углерода, г;

m_1 — масса навески топлива, г;

0,2729 — коэффициент пересчета массы CO_2 на С.

4.2. Массовую долю органического углерода в аналитической пробе топлива (C_o^a) в процентах вычисляют по формуле

$$C_o^a = C_t^a - (CO_2)_м^a \cdot 0{,}2729,$$

где $(CO_2)_м^a$ — массовая доля диоксида углерода карбонатов в аналитической пробе топлива, %.

4.3. Массовую долю общего водорода в аналитической пробе топлива (H_t^a) в процентах вычисляют по формуле

$$H_t^a = \left(\frac{m_2}{m_1} \cdot 100 - W^a\right) \cdot 0{,}1119,$$

где m_2 — увеличение массы сосуда, предназначенного для поглощения влаги, г;

W^a — массовая доля влаги в аналитической пробе, %;

0,1119 — коэффициент пересчета массы H_2O на H.

4.4. Допускаемые расхождения между результатами двух определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2

Таблица 2

Определяемый элемент	Допускаемые расхождения, % (абс.)	
	в одной лаборатории на аналитическое состояние	в разных лабораториях на сухое состояние
Углерод	0,30	0,50
Водород	0,15	0,30

4.5. Если расхождения между результатами двух определений превышают значения, указанные в табл. 2, то проводят третье определение и за конечный результат принимают среднее арифметическое двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

4.6. Вычисление результатов анализа, а также пересчет результатов на другие состояния производят до второго десятичного знака и округляют до первого знака при определении содержания углерода и вычисляют до третьего и округляют до второго десятичного знака при определении содержания водорода.

4.7. Пересчет результатов определения содержания общего и органического углерода и водорода на другие состояния топлива производят по ГОСТ 27313—87.

При содержании диоксида углерода карбонатов в аналитической пробе топлива более 2% пересчет результата определения содержания органического углерода на сухое беззольное состояние топлива производят по формуле

$$C_o^{daf} = C_o{}^a \frac{100}{100 - W^a + A^a + (CO_2)_м{}^a},$$

где A^a — зольность аналитической пробы топлива, %.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Пояснения к терминам, применяемым в стандарте

Термин	Определение
Углерод общий	Суммарная массовая доля углерода в органической массе топлива (углерод органический C_o) и углерода карбонатов минеральной массы (углерод неорганический $C_м$)
Водород общий	Суммарная массовая доля водорода в органической массе топлива (водород органический H_o) и водорода, входящего в состав гидратной воды минеральной массы топлива (водород неорганический $H_м$)

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством угольной промышленности СССР

   ИСПОЛНИТЕЛИ

   И. В. Авгушевич, канд. хим. наук; **Г. С. Коваленко**, канд. хим. наук; **Н. А. Гоголина**; **В. С. Вдовченко**, канд. техн. наук; **Е. М. Бутюгина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.10.88 № 3449

3. Срок первой проверки — 1993 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6040—87, ИСО 625—75

5. **ВЗАМЕН** ГОСТ 6389—81 и ГОСТ 2408.1—75

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4204—77	2.1; 3.1
ГОСТ 4216—78	2.1; 3.1
ГОСТ 4524—78	2.1; 3.1
ГОСТ 5496—78	2.1; 3.1
ГОСТ 5583—78	2.1; 3.1
ГОСТ 5833—75	2.1; 3.1
ГОСТ 6341—75	2.1; 3.1
ГОСТ 9147—80	2.1; 3.1
ГОСТ 9932—75	2.1; 3.1
ГОСТ 10521—78	2.1; 3.1
ГОСТ 10742—71	1.1
ГОСТ 11022—75	1.2
ГОСТ 11303—75	1.1
ГОСТ 11305—83	1.2
ГОСТ 11306—83	1.2
ГОСТ 13455—76	1.2
ГОСТ 16539—79	2.1; 3.1
ГОСТ 23083—78	1.1
ГОСТ 24363—80	2.1; 3.1
ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1
ГОСТ 27313—87	4.7
ГОСТ 27314—87	1.2
ГОСТ 27589—88	1.2

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 14.11.88 Подп. в печ. 22.12.88 1,5 усл. п. л. 1,5 усл. кр.-отт. 1,45 уч.-изд. л.
Тир. 6 000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 3160

gost.e-ecolog.ru