РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДОРОДА

РД 34.44.206-93

Москва

gost.e-ecolog.ru

НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДОРОДА

РД 34.44.206-93

Москва

РАЗРАБОТАН Всероссийским теплотехническим научно-исследовательским институтом (ВТИ)

РАЗРАБОТЧИК В.И.Сухова

УТВЕРЖДЕН Департаментом науки и техники РАО "ЕЭС России"

21 сентября 1993 г.

Начальник Департамента В.В.Кудрявый

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: энергетика, тепловые электростанции, топливо жидкое, содержание водорода, анализ

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ РД 34.44.206-93

Метод определения водорода

Срок действия с 01.07.94 г.
до 01.07.99 г.

Настоящий Руководящий документ распространяется на жидкие энергетические топлива (мазут, бензин, газотурбинное, дизельное и другие виды нефтяных топлив) и устанавливает весовой макрометод определения общего водорода (обязательное приложение I) для использования при вычислении низшей теплоты сгорания по ГОСТ 21261.

Метод определения водорода 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 последующем гравиметрическом определении массы образующейся при этом воды. Диапазоны измерений содержания водорода не ограничены.

Настоящий Руководящий документ подлежит применению в научно-исследовательских организациях и в химических лабораториях энергетических объединений для контроля анализов жидких энергетичеоких топлив.

Издание официальное © ВТИ, 1993

Настоящий Руководящий документ не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения ВТИ

I. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

I.I. Отбор и подготовка проб - по ГОСТ 2517.

I.2. Пробу нефтепродукта тщательно перемешивают не менее 5 мин. в сосуде, заполненном не более чем на 90% вместимости, предпочтительно механическим способом.

Нефтепродукты, вязкость которых при температуре 50°С более 75 $мм^2/с$, предварительно нагревают до 50-60°С.

I.3. При испытании нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 38°С перед заполнением стеклянной ампулы пробы охлаждают в течение I5-20 мин до 4°С для предотвращения потерь легких фракций.

При испытании дизельных, котельных и топлив промышленно-бытового назначения с температурой вспышки выше 38°С проводят испытание без применения стеклянной ампулы, равномерно распределяя навеску в лодочке для сжигания.

I.4. Одновременно из той же пробы берут навески для определения содержания воды по ГОСТ 2477.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.I. Трубка для сжигания из плавленного кварцевого или термостойкого стекла длиной от 750 до I000 мм, внутренним диаметром от I5 до 20 мм и толщиной стенок I,5-2,5 мм.

2.2. Лодочка для сжигания фарфоровая неглазурованная ЛСI или ЛС2 по ГОСТ 9I47, или кварцевая, или платиновая длиной (70±I0) мм. Лодочки прокаливают до постоянной массы и хранят в эксикаторе с осушающим веществом.

2.3. Печи трубчатые, электрические с внутренним диаметром от 25 до 40 мм для раздельного нагрева отдельных частей трубки для сжигания. Установка для определения водорода состоит из трех печей, каждая из которых обеспечивает устойчивый нагрев определенного участка трубки до заданной температуры: первая до 700°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) (рис.1).

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

Допускается использовать печи электрические для микроанализа типа СУОЛ 0,25.1,2/12 МР с длиной рабочей зоны 110 мм и внутренним диаметром 25 мм. В этом случае установка для определения водорода состоит из четырех печей, длина рабочих зон которых, соответственно, составляет: первой 110 мм, второй (две печи) - 220 мм, третьей - 110 мм.

2.4. Печь нагревательная электрическая (муфта) с внутренним диаметром 25-40 мм и длиной 40-45 мм, обеспечивающая нагрев до 200°С, или газовая горелка или спиртовка.

2.5. Реометр стеклянный лабораторный для поддержания постоянной скорости тока кислорода в пределах от 180 до 220 $см^3$/мин по ГОСТ 9932.

2.6. Вентиль запорно-регулировочный с игольчатым затвором, обеспечивающий тонкую регулировку подачи кислорода из баллона в установку.

2.7. Сосуд-счетчик пузырьков типа СН или СВТ по ГОСТ 25336, заполненный концентрированной серной кислотой. Служит для визуального определения скорости потока кислорода и для предотвращения попадания атмосферной влаги в поглотительную цепь. Допускается заполнять счетчик пузырьков 1%-ным раствором хлористого палладия для контроля за полнотой сгорания (в присутствии CO раствор мутнеет и темнеет).

2.8. Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

2.9. Пробирка стеклянная с пришлифованной пробкой для хранения лодочки с навеской (рис.1).

2.10. Тигель фарфоровый № 6 и чашка фарфоровая № 7 по ГОСТ 9147.

2.11. Крючок из жаропрочной проволоки для извлечения из трубки для сжигания лодочки и пробки из медной сетки.

2.12. Трубки резиновые с внутренним диаметром 2-3 мм по ГОСТ 5496.

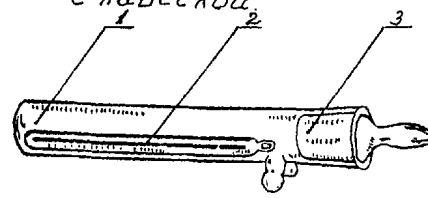
2.13. Палочки стеклянные длиной 20-30 мм и диаметром 4-5 мм.

2.14. Преобразователь термоэлектрический по ГОСТ 3044 (термопара) для измерения температуры до 1000°С с измерительным устройством.

2.15. Ампула из тугоплавкого стекла с оттянутыми в капилляр концами, один из которых заплавлен (рис.2).

2.16. Устройство для очистки кислорода от воды (далее - очистительная система), состоящее из сосудов, наполненных соответствующими реагентами.

Пробирка для хранения лодочки с навеской.



1- пробирка, 2- лодочка с навеской,
3- шлиф.

Рис. 1

Ампула для жидкого легколетучего топлива.

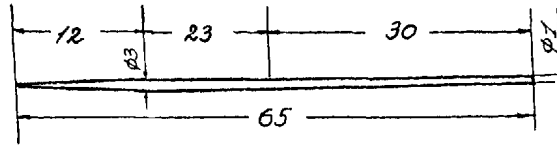


Рис. 2

2.17. Набор лабораторных сит с размером отверстий сетки от 1,2 до 5,0 мм.

В качестве сосудов очистительной системы применяют:

трубки стеклянные типа ТХ-*У*-2 (или 3)-200 и ТХ-*У*-2 (или 3)-150 по ГОСТ 25336, склянки типа СПХ, СПТ и СН-1 или 2 по ГОСТ 25336.

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

2.18. Устройство для поглощения воды, образующейся при сжигании пробы (далее - поглотительная система), состоящая из сосудов, наполненных соответствующими реагентами. Сосуды поглотительной системы должны отвечать следующим требованиям:

поглощение образующихся паров воды должно быть полным;

масса сосуда с поглотителем не должна превышать 190 г.

В качестве сосудов поглотительной системы применяют:

трубки стеклянные типа ТХ-*У*-2(или 3)-150 по ГОСТ 25336 для сухих поглотителей и прибор ПС по ГОСТ 25336 для жидких поглотителей.

Для анализа применяют дистиллированную воду.

2,19. Перхлорат магния безводный (ангидрон) без пыли; частицы с размерами от 0,4 до 4,0 мм в зависимости от вида применяемых сосудов в поглотительной и очистительной системах по ТУ 6-09-3880, ч (см. рекомендуемое приложение 2). Предпочтительно от 0,7 до 1,2 мм.

Не разрешается регенерировать ангидрон из-за его пожаро- и взрывоопасности. По мере отработки ангидрон оплавляется.

2.20. Медная сетка. Сетку предварительно окисляют, прокаливая в окислительном пламени газовой горелки, в токе кислорода или в муфеле.

2.21. Оксид меди (II) (CuO) в виде проволоки или гранулированный по ГОСТ 16539, ч.д.а.

2.22. Оксид меди (II) (CuO) порошкообразный по ГОСТ 16534, ч.д.а., прокаливают при 800°С в течение 2 ч и хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

2.23. Аммоний хромовокислый по ГОСТ 3774, ч.д.а., или аммоний двухромовокислый по ГОСТ 3763, ч.д.а. для приготовления оксида хрома порошкообразного и гранулированного.

Хромовокислый или двухромовокислый аммоний помещают в фарфоровую чашку и нагревают на электрической плитке до образования оксида хрома. Полученный оксид хрома растирают и прокаливают в муфельной печи при 750-800°С в течение 1,5-2 ч. Хранят в банке с притертой крышкой в эксикаторе над осушающим веществом.

Для приготовления гранулированного оксида хрома порошок прессуют в брикеты, измельчают до размера частиц 3-5 мм, отсеивают мелочь и хранят в стеклянной банке с притертой пробкой в эксикаторе.

2.24. Свинец хромовокислый гранулированный или плавленный с размером частиц от 1,2 до 5,0 мм.

Свинец хромовокислый плавленный 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 противень. Застывшую массу измельчают до получения кусков от 1,2 до 5 мм, пропуская через сито (п.2.17).

2.25. Вата стеклянная или хлопковая по ГОСТ 5556.

2.26. Кислота янтарная по ГОСТ 6341, ч.д.а., или бензойная по ГОСТ 10521, ч.д.а., или сахароза по ГОСТ 5833, ч.д.а.

Кислоты янтарную, бензойную и сахарозу высушивают при 105–110°С до постоянной массы и хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

2.27. Асбест волокнистый, прокаленный при 350°С.

Хранят в эксикаторе над осушающим веществом.

2.28. Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., плотностью 1,84 г/см^3.

2.29. Кислород газообразный в баллоне по ГОСТ 5583, не содержащий водорода. Кислород должен быть получен методом глубокого охлаждения воздуха. Применение кислорода, полученного методом электролиза воды, не допускается.

3. ПОДГОТОВКА АППАРАТУРЫ К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка трубки для сжигания

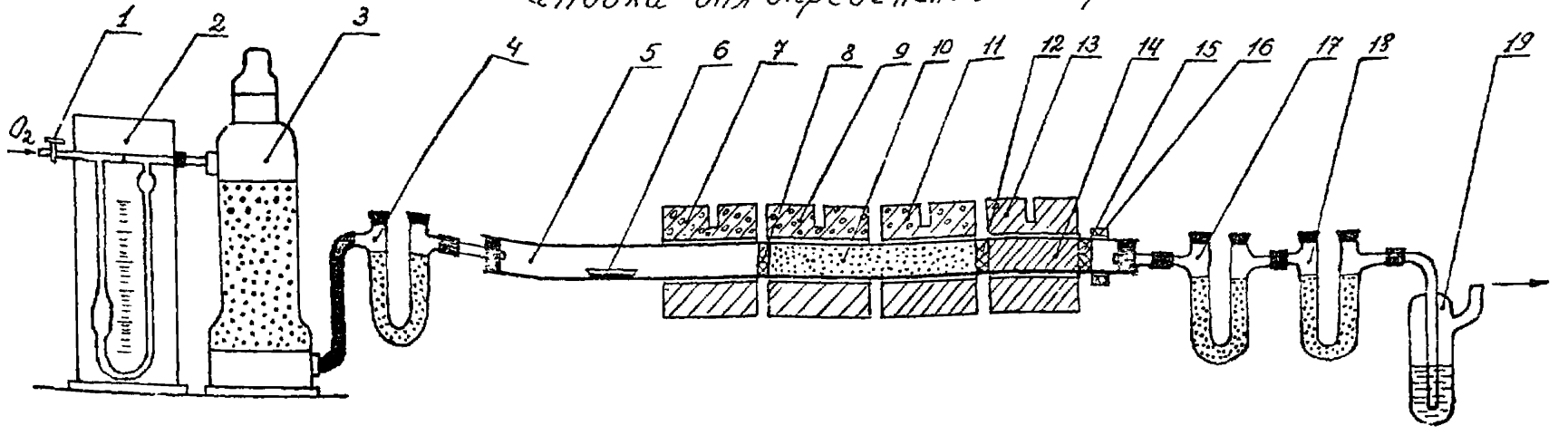
3.1.1. В трубке для сжигания выделяют три основные зоны: зона горения – незаполненная часть трубки, в которую помещают лодочку с навеской; зона доокисления – наполненная твердым окислителем (оксид меди или хрома) для обеспечения полноты сгорания; зона очистки газов сгорания – наполненная для поглощения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

3.1.2. Заполнение трубки для сжигания ведут с конца, обращенного к поглотительной системе (рис.3).

Трубку для сжигания (п.2.1) длиной 800 мм и внутренним диаметром от 15 до 20 мм делят на участки следующих размеров:

10 мм – пространство для резиновой пробки;

Схема установки для определения водорода



1-кран тонкой регулировки расхода кислорода; 2-реометр; 3-4-система очистки кислорода; 3-сосуд с ангидроном; 4-контрольная U-образная трубка с ангидроном; 5-трубка для сжигания; 6-лодочка с навеской; 7,9,11,13-электропечи типа СУОЛ 0,25. 1,1/12 МР; 8,12,15-пробка из медной сетки или прокалённого асбеста; 10-оксид меди или хрома; 14-хромовокислый свинец; 16-печь-муфта; 17-18-поглотительная система с твёрдыми поглотителями; 17-18-U-образные трубки с ангидроном; 19-склянка с серной кислотой.

Рис. 3

50 мм – свободное пространство;

10 мм – пробка из медной сетки или волокнистого асбеста (15);

150 мм – хромовокислый свинец (14);

10 мм – пробка из медной сетки (12);

350 мм – оксид меди или хрома, в проволоке или гранулированный (10);

10 мм – пробка из медной сетки или волокнистого асбеста (8);

200 мм – свободное пространство, в которое помещают лодочку с навеской (6);

10 мм – пространство для резиновой пробки.

При применении четырех печей типа СУОЛ 0,25.I,I/I2 МР длина слоя хромовокислого свинца составляет 110 мм, а оксида меди или хрома – 220 мм. Оба конца трубки для сжигания закрывают резиновыми пробками со вставленными в них оплавленными на концах стеклянными палочками. 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.

3.I.3. Масса оксида меди или хрома должна быть не менее 50 г, а хромовокислого свинца – не менее 25 г. В этом случае достигается проведение не менее 50 определений без замены реагентов.

3.I.4. 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 зоны. 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 сжигания.

3.2. Сборка очистительной и поглотительной систем

Сосуды систем наполняют ангидроном (п.2.1.7) или серной кислотой (п.2.28) для поглощения влаги, содержащейся в кислороде, и воды, выделяющейся при сгорании нефтепродукта.

В очистительной и поглотительной системах должны применяться одни и те же реактивы для поглощения воды, так как разная упругость пара над жидкими и твердыми веществами может привести к погрешности в определении. 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.

После наполнения поглотительных сосудов свежими реагентами сосуды присоединяют к установке, находящейся в рабочем состоянии (п.4.3) и продувают кислородом в течение 20 мин. Скорость тока кислорода должна быть такая же, как при проведении анализа (180-200 $см^3$/мин). Затем на концы соединительных отростков поглотительных приборов надевают отрезки резиновых трубок, закрытых с одной стороны оплавленными стеклянными палочками. После продувки поглотительные приборы находятся в рабочем состоянии: наполнены кислородом и отъединены от атмосферы.

Продувка поглотительных приборов (с жидкими и сухими реагентами) в течение 20 мин является достаточной для доведения их массы до постоянного значения.

3.3. Взвешивание поглотительных приборов

Поглотительные приборы следует взвешивать наполненными кислородом. Перед взвешиванием поглотительные приборы должны находиться 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. Порядок взвешивания поглотительных приборов до и после анализа должен быть одинаков.

3.4. Сборка установки

Установку для определения водорода собирают в соответствии со схемой, приведенной на рис.3.

Подачу кислорода осуществляют непосредственно из баллона через игольчатый вентиль (п.2.6) и реометр (п.2.5).

Если установка состоит из трех печей (п.2.3), то вторую печь помещают над оксидом меди (или хрома), третью - над хромовокислым свинцом, а первую (7) - вплотную ко второй над свободным пространством трубки.

Если установка состоит из четырех печей типа СУОЛ 0,25.I,I/I2 МР, то вторую и третью печи (9,II) помещают над оксидом меди (или хрома), четвертую (I3) - над хромовокислым свинцом, а первую (7) - вплотную ко второй над свободным пространством трубки.

Первая печь должна свободно перемещаться вдоль трубки. Остальные печи остаются неподвижными в ходе анализа.

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

3.5. 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 с помощью резиновой трубки со вставленной в нее стеклянной палочкой. В герметичной системе через 3-4 мин ток кислорода через установку должен прекратиться. Если это условие не обеспечивается, установку проверяют на герметичность по частям. Начинают с поглотительной системы, отъединяя сосуды один за другим, каждый раз закрывая свободный отросток крайнего сосуда пробкой со вставленной в нее стеклянной палочкой. После устранения неисправности поглотительные сосуды присоединяют к установке и систему вновь проверяют на герметичность.

3.6. Прокаливание трубки для сжигания

Прокаливание трубки для сжигания проводят для удаления влаги и очистки реагентов от органических загрязнений. К трубке для сжигания присоединяют сосуд-счетчик пузырьков (п.2.7). Нагревают печи до температур, указанных в п.2.3. Прокаливание трубки ведут при скорости тока кислорода 180-200 $см^3$/мин в течение 3-4 ч.

3.7. Проведение контрольного определения

Целью контрольного определения является оценка чистоты трубки для сжигания после прокаливания. Присоединяют к установке подготовленные по п.3.2 и взвешенные по п.3.3 поглотительные приборы и пропускают ток кислорода (180-200 $см^3$/мин) в течение 20 мин

при рабочих температурах печей. Поглотительные приборы снова взвешивают. Изменение массы сосудов не должно превышать ±0,5 мг В противном случае продолжают прокаливание трубки до получения указанных изменений массы поглотительных приборов.

3.8. Для проверки готовности установки к проведению анализа сжигают химически чистое вещество известного состава (п.2.26).

Содержание водорода не должно отличаться от известного состава вещества более чем на 0,25%.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.I. Навеску дизельного или котельного топлива массой 0,I-0,2 г, взятую из тщательно перемешанной пробы, помещают во взвешенную лодочку (п.2.2). Топливо равномерно распределяют по дну лодочки. Поверх навески насыпают порошкообразный оксид меди или хрома (п.2.2I, 2.22) до верхнего края лодочки и слегка уплотняют.

Лодочку с навеской помещают в пробирку для хранения (рис.I) и закрывают пробкой.

4.2. Навеску жидкого легколетучего топлива массой 0,I-0,2 г, взятую из тщательно перемешанной и охлажденной (п.I.2) пробы, помещают в стеклянную ампулу (п.2.I5). Для этого ампулу нагревают и открытый капилляр опускают в пробу топлива. Заполняют ампулу осторожно, не допуская перелива жидкости. Если на поверхности заполненной ампулы имеются подтеки жидкости, ее опускают пинцетом в спирт, смывают подтеки, обдувают сухим воздухом и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Определяют

массу испытуемого образца по разности результатов взвешивания пустой и заполненной ампулы.

Ампулу с навеской жидкого топлива помещают в лодочку. Поверх ампулы насыпают порошкообразный оксид меди или хрома (п.2.21, 2.22) до верхнего края лодочки и слегка уплотняют. Лодочку с ампулой помещают в пробирку для хранения (рис.1) и закрывают пробкой.

4.3. Установку для определения водорода (рис.3) приводят в рабочее состояние:

первую печь (7) вплотную придвигают ко второй печи и устанавливают температуру первой печи $(700 \pm 10)^{\circ}C$;

температуру второй печи или второй и третьей(9,11), если используют печи типа СУОЛ, устанавливают $(800 \pm 10)^{\circ}C$), а температуру третьей (или четвертой) (13) печи $(500 \pm 10)^{\circ}C$;

температуру печи-муфты (16) устанавливают $105-110^{\circ}C$;

скорость тока кислорода устанавливают в 180-200 $см^3$/мин.

4.4. До начала анализа, но после приведения установки в рабочее состояние по п.4.3, присоединяют поглотительные приборы (п.3.3), продувают их кислородом в течение 20 мин, затем отсоединяют, взвешивают (п.3.4) и вновь присоединяют их к установке.

4.5. 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.

4.6. Процесс сжигания навески регулируют только изменением положения первой печи. Положение других печей не меняют в течение всего анализа.

4.7. Регулирование процесса сжигания ведут в следующей последовательности. Передвигают первую печь навстречу току кислорода до переднего края лодочки, но не закрывая ее. Выдерживают в таком положении до воспламенения нефтепродукта и окончания процесса его пиролиза. Продолжительность сжигания в этом положении 5-I0 мин.

Надвигают первую печь на I/2 длины лодочки и выдерживают ее в таком положении 3 мин. Затем надвигают первую печь так, чтобы лодочка находилась в центре рабочей зоны печи и выдерживают 8-I0 мин. После этого в течение I мин передвигают печь навстречу тока кислорода до начала трубки.

Для того, чтобы полностью вытеснить газы сжигания из трубки, передвигают первую печь в обратном направлении (по ходу кислорода), выдерживая ее 4-5 мин над лодочкой и за 2-3 мин возвращают ее в исходное положение (вплотную ко второй печи). Общая продолжительность сжигания составляет 23-32 мин.

4.8. Нагретую до I05-II0^{0}С печь-муфту постепенно передвигают к концу трубки, сгоняя сконденсировавшуюся влагу в сосуд для поглощения воды. Гарантией полноты поглощения влаги является нагрев конца трубки и соединительного отростка первого поглотительного прибора с помощью газовой горелки, спиртовки или муфты.

4.9. Поглотительные сосуды отсоединяют и открытый конец трубки для сжигания немедленно соединяют с сосудом-счетчиком пузырьков, наполненным серной кислотой (п.2.28).

Боковые отводы поглотительных сосудов закрывают резиновыми трубками со вставленными в них оплавленными стеклянными палочками и взвешивают, как это указано в п.3.3.

4.I0. Открывают трубку для сжигания со стороны очистительной системы и с помощью крючка из жаропрочной проволоки осторожно вынимают лодочку. Лодочку освобождают от золы и порошка оксида меди или хрома. Оксид меди можно использовать повторно после прокаливания при 800°С в течение 2 ч (п.2.2I).

4.II. Уменьшают ток кислорода, включают нагрев печей и после полного их остывания прекращают подачу кислорода.

4.I2. При проведении серии анализов после окончания сжигания пробы печи и кислород не выключают; первую печь оставляют плотно придвинутой ко второй печи. В таком положении установка находится в рабочем состоянии и полностью готова для проведения следующего определения.

5. ПРАВИЛА ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.I. Массовую долю водорода, выделяющегося при сжигании пробы нефтепродукта H, в процентах вычисляют по формуле:

$$H = \frac{0,1119 \cdot m_1}{m} \cdot 100,$$

где m – масса навески нефтепродукта, г;

m_1 – увеличение массы сосуда, предназначенного для поглощения влаги, г;

0,1119 – коэффициент пересчета массы воды на водород.

Массовую долю общего водорода в пробе нефтепродукта без водорода влаги H_t в процентах определяют по формуле:

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

где W - массовая доля воды в пробе нефтепродукта, определяемая по п.I.4, %.

5.2. Вычисляют результат анализа до третьего десятичного знака. Результаты, среднее значение двух определений содержания водорода (п.6), представляют с точностью до 0,0I%.

5.3. Пересчет результатов определения содержания водорода на другие состояния топлива ведут по ГОСТ 27313.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

Элемент	Максимально допустимое расхождение между результатами (для одинакового содержания влаги),%	
	Повторяемость (в одной лаборатории)	Воспроизводимость (в разных лабораториях)
Водород	0,I5	0,25

6.I. Повторяемость результатов

Результаты двух определений, выполненных в разное время в одной и той же лаборатории, одним лаборантом при использовании одной и той же аппаратуры на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы, не должны отличаться более, чем на величину, указанную в таблице (при 95%-ной доверительной вероятности).

6.2. Воспроизводимость результатов

Средние значения результатов двух определений, выполненных в двух разных лабораториях на представительных навесках, взятых из одной и той же пробы, не должны отличаться более, чем на величину, указанную в таблице (при 95%-ной доверительной вероятности).

6.3. Если расхождение между результатами двух определений превышает значения, приведенные в таблице, то проводят третье определение. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух наиболее близких результатов в пределах допускаемых расхождений.

Приложение I
Обязательное

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Термин	Определение
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 $H_м$)

Приложение 2
Рекомендуемое

ТРЕБОВАНИЯ К ЗАПОЛНЕНИЮ РЕАГЕНТАМИ СОСУДОВ ОЧИСТИТЕЛЬНОЙ И ПОГЛОТИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМ

1. Подготовка сосудов

Сосуды тщательно моют и высушивают. На концы соединительных отростков сосудов надевают отрезки резиновых трубок, закрытых с одной стороны оплавленными стеклянными палочками.

2. Заполнение сосудов сухими реагентами

Внутри сосудов перед соединительными отростками помещают небольшой слой стеклянной или хлопковой ваты. Чистые сухие сосуды наполняют соответствующими, желательно гранулированными поглотителями. Не рекомендуется применять только мелкие гранулы, так как тогда возникает большое сопротивление току газа. При использовании только крупных гранул полнота поглощения снижается.

3. Заполнение сосудов жидким поглотителем

Прибор ПС (змеевик) заполняют концентрированной серной кислотой через отросток без капилляра так, чтобы был заполнен только нижний виток. Засасывают кислоту с помощью резиновой трубки с грушей, надетой на отросток с капилляром.

Конец бокового отростка, через который производилось заполнение сосуда реактивом, тщательно протирают фильтровальной бумагой внутри и снаружи.

Приложение 3

Справочное

ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ИМЕЮТСЯ ССЫЛКИ В РД 34.44

Обозначение НТД	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 2477-65	п.1.3
ГОСТ 2517-85	п.1.1
ГОСТ 3044-84	п.2.14
ГОСТ 3763-76	п.2.2.2
ГОСТ 3774-76	п.2.22
ГОСТ 3924-74	п.2.17
ГОСТ 4204-77	п.2.28
ГОСТ 5496-78	п.2.12
ГОСТ 5556-81	п.2.25
ГОСТ 5583-78	п.2.30
ГОСТ 5833-75	п.2.26
ГОСТ 6341-75	п.2.26
ГОСТ 9147-80	п.2.2, п.2.10
ГОСТ 9932-75	п.2.5
ГОСТ 10521-78	п.2.26
ГОСТ 16539-79	п.2.20; 2.21
ГОСТ 21261-91	вводная часть
ГОСТ 25336-82	п.2.7; 2.16; 2.17

Зак. № 135 Подписано в печать 4.09.95.
Тираж 200 Уч.-изд.л. 1

ПМБ ВТИ
Москва, Автозаводская, 14/23

gost.e-ecolog.ru