



昆明理工大学规划教材

李艳红 / 编 著

能源化学 工程专业实践

Nengyuan Huaxue
Gongcheng Zhuanye Shijian



云南大学出版社
YUNNAN UNIVERSITY PRESS

 昆明理工大学规划教材

李艳红 / 编 著

能源化学 工程专业实践

Nengyuan Huaxue
Gongcheng Zhuanye Shijian

 云南大学出版社
YUNNAN UNIVERSITY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

能源化学工程专业实践 / 李艳红编著. — 昆明 :
云南大学出版社, 2016
ISBN 978-7-5482-2666-6

I. ①能… II. ①李… III. ①能源—化学工程 IV.
①TK01

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第134942号

策划编辑: 王翌泮

责任编辑: 李 红

装帧设计: 刘文娟

李艳红 / 编 著

能 源 化 学 工程专业实践

**Nengyuan Huaxue
Gongcheng Zhuanye Shijian**

出版发行: 云南大学出版社

印 装: 昆明德范印务有限公司

开 本: 889mm×1194mm 1/16

印 张: 12.5

字 数: 378千

版 次: 2016年10月第1版

印 次: 2016年10月第1次印刷

书 号: ISBN 978-7-5482-2666-6

定 价: 30.00元

社 址: 昆明市一二一大街182号(云南大学东陆校区英华园内)

邮 编: 650091

电 话: (0871) 65033244 65031071

网 址: <http://www.ynup.com>

E-mail: market@ynup.com

本书若发现质量问题, 请与印厂联系调换, 联系电话: 0871-65516447。

目 录

第一章 煤化工专业实验	(1)
实验一 煤的工业分析实验	(1)
实验二 煤中碳和氢的测定	(5)
实验三 煤中全硫含量的测定	(14)
实验四 烟煤胶质层指数的测定	(20)
实验五 烟煤黏结指数的测定	(28)
实验六 烟煤奥阿膨胀度的测定	(31)
实验七 煤炭发热量的测定	(38)
实验八 煤对二氧化碳化学反应性的测定方法	(41)
实验九 煤灰熔融性的测定	(46)
实验十 哈氏可磨性指数测定实验	(50)
实验十一 元素分析实验	(54)
第二章 石油加工专业实验	(58)
实验一 石油产品蒸气压的测定（雷德法）（参考 GB/T8017 - 2012）	(58)
实验二 沥青软化点测定法（环球法）（参考 GB/T4507 - 2014）	(63)
实验三 石油产品苯胺点测定（参考 GB/T262 - 2010）	(71)
实验四 石油产品常压蒸馏特性测定（参考 GB/T6536 - 2010）	(75)
实验五 车用汽油产品的实际胶质测定（喷射蒸发法）	(87)
实验六 石油产品闪点测定（闭口杯法）（参考 GB/T261 - 2008）	(92)
实验七 石油产品凝点、冷滤点和倾点测定	(95)
实验八 原油和液体石油产品密度实验室测定（密度计法）	(100)
实验九 石油产品残炭测定法（电炉法）[SH/T0170 - 1992（2000）]	(105)
实验十 常减压精馏实训	(111)
第三章 煤化工生产实习指导	(120)
实践一 进厂安全教育	(122)

实践二 备煤车间与炼焦车间 (124)

实践三 化产车间 (140)

参考文献 (194)

后 记 (195)

第一章 煤化工专业实验

实验一 煤的工业分析实验

煤的工业分析也称为煤的技术分析或实用分析。它包括水分、挥发分、灰分的测定和固定碳的计算。工业分析的结果是煤炭加工利用和煤炭科学研究的基础技术参数，具有十分重要的意义。

煤样在 110℃、氮气氛中加热至恒重测定水分 M_{ad} ；在 900℃、氮气氛中加热 7 分钟测定挥发分 V_{ad} ；在 815℃、氧气氛中加热至恒重测定灰分 A_{ad} 。测定条件与国标方法（GB212 - 2008）相同，也符合 GB/T30732 - 2014 系统应用了国内成熟的发热量经验计算公式，对大多数中国煤种有较广泛的适用性。

一、实验目的

1. 学习和掌握测定空气干燥煤样水分的方法及原理，了解空气干燥煤样水分的主要作用。
2. 学习和掌握煤灰分产率的测定方法和原理，了解煤的灰分与煤中矿物质的关系。
3. 掌握煤的挥发分产率测定方法及固定碳计算，学会运用挥发分产率和焦渣特征判断煤化程度，初步确定煤的加工利用途径。

二、实验方法要点

本实验的水分、挥发分、灰分的测定方法分别对应国标方法（GB212 - 2008）中的 A 法（通氮干燥法）。

（1）称取一定量的空气干燥煤样，在 100℃ ~ 105℃ 的温度下，置于干燥的氮气流中干燥至质量恒定。以煤样减少的质量占空气干燥煤样质量的百分数作为空气干燥煤样的水分。

（2）将一定量空气干燥煤样放入坩埚中，在 $900 \pm 10^\circ\text{C}$ 的温度下隔绝空气加热一定时间，以煤样减少的质量占煤样原来质量的百分数，减去该煤样的水分（ M_{ad} ）就是该煤样的挥发分产率。

三、仪器设备和试剂

MAC—2000 全自动工业分析仪主要由主机（仪器的控制与温度的采集、可控温加热炉、内置万分之一的精密电子天平）、计算机（应用软件一套）、精密电子天平、打印机与气源组成等部分组成，见图 1。



图 1 MAC—2000 全自动工业分析仪

打开主机电源后，主机受计算机控制。前面板指示灯功能说明如下：

HF——高温炉加热指示

LF——低温炉加热指示

↑↓——电机升降指示

N₂——通氮气指示

O₂——通氧气指示

仪器运行条件：

氮气：纯度 >99.99%；流量 800mL/min

氧气：普氧；流量 800mL/min

电源：220VAC，50Hz

功率：<3kW

环境温度：0℃ ~ 35℃

注意事项：

- (1) 氮气和氧气分别通过减压表、稳压器、连接器和导气管与主机对应接头，距离不大于 2 米；各连接处应严密，不应有漏气。
- (2) 调整主机三个底脚螺钉，使天平的水平气泡居中。
- (3) 本天平为万分之一精度天平，它的稳定性直接影响系统的分析精度，所以在通电的情况下应防止振动、撞击或移动。使用时应避免强风对流。

四、实验步骤

程序安装完成后，在桌面上双击 MAC - 2000 图标进入工作程序。

主菜单如图 2 所示。主菜单分为“工业分析”“系统设置”“数据处理”“帮助”四个部分，见图 2。



图 2 主菜单及工具栏

(一) 工业分析

1. 工业分析测试

点击该菜单，或点击工具栏上的“开始测试”进入工业分析称样界面（见图 3）。



图 3 工业分析称样界面

(1) 测试选项栏说明。

该选项有内水分、灰分、挥发分、固定碳、飞灰可燃物、焦渣特征等六个选项，可进行适当的组合测试，可以单击复选框，选择需要进行的测试项（打钩项）。

(2) 样品输入栏说明（见图 4）。

- ①样品名称、样品编号：用来标识样品。
- ②焦渣指数、全水分：用来计算发热量。
- ③内水分：当进行挥发分测定，而不进行灰分测定时，必须输入。
- ④碳酸盐：进行飞灰可燃物测定时，输入此项可使测定值更准。

(3) 按钮说明。

- ①重新称重：对上一步的操作再做一次。
- ②读入上次数据：当上次实验没有完全完成时，按此键可调入未完成的样品的数据。
- ③称重：实验前对样品进行称重。
- ④结束：完成称样过程，开始实验。
- ⑤取消：中断称重，退出实验。

(4) 称样具体过程说明。

- ①进入称样画面后，系统检测主机开关是否打开，如果没开则给出提示。
- ②选择测试选项，默认时选择水分、挥发分、固定碳、灰分进行测试。
- ③输入被测样品的样品编号等。
- ④用鼠标按称样按钮，进样盘下降到称样位，称取坩埚皮重记为 G0。
- ⑤进样盘回复到高位后，取下坩埚，加入 0.3 ~ 0.5g 重的样品后，按称样按钮，称得质量记为 G4，则样重 $W_t = G4 - G0$ ，如果 W_t 不在规定范围内则重复该步骤。
- ⑥重复过程③→⑤进行下一个样品称重。
- ⑦如果发现前面的输入项有错误，可在显示表格栏中双击该项，弹出样品编辑对话框，如图 4。进行修改后，点击“OK”确认。

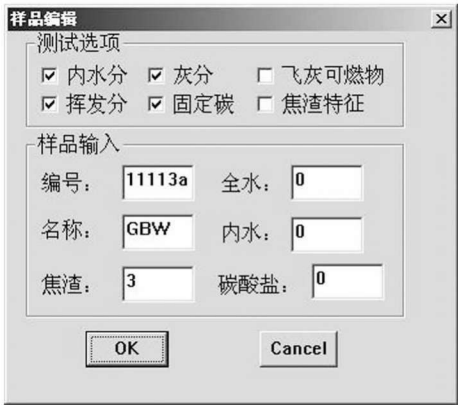


图 4 样品编辑对话框

- ⑧当需要结束所有称样时按“结束”按钮，结束称样，进入样品测试状态。

2. 样品测试

- G0——坩埚重量。
- G1——灰分 Aad 测定后坩埚 + 样品总重量。
- G2——挥发分 Vad 测定后坩埚 + 样品总重量。
- G3——水分 Mad 测定后坩埚 + 样品总重量。
- G4——坩埚 + 样品总重量。

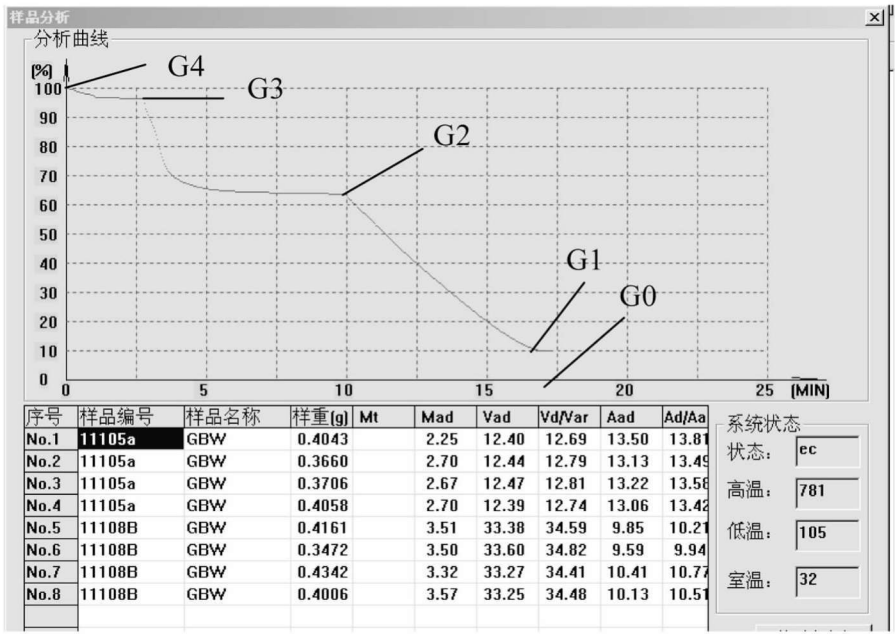


图 5 样品分析对话框

测试过程具体如下（见图 5）：

（1）等待炉温： $T_1 = 105^{\circ}\text{C}$ （低温）， $T_2 = 700^{\circ}\text{C}$ （高温）。

（2）升降电机下降，将样品送入低温炉内，通氮气 N_2 （800mL/min），进行内水分测定，至样品恒重，记当前重量为 G_3 ，则内水分：

$$Mad = \frac{G_4 - G_3}{G_4 - G_0}$$

（3）等待炉温： $T_1 = 105^{\circ}\text{C}$ （低温）， $T_2 = 900^{\circ}\text{C}$ （高温）。

（4）升降电机下降，将样品送入高温炉内，通氮气 N_2 （800mL/min），进行挥发分测定，等待 7 分钟，记当前重量为 G_2 ，则挥发分：

$$Vad = \frac{G_3 - G_2}{G_4 - G_0}$$

（5）等待炉温： $T_1 = 105^{\circ}\text{C}$ （低温）， $T_2 = 815^{\circ}\text{C}$ （高温）。

（6）通氧气 O_2 （800mL/min），进行灰分测定，至样品恒重，记当前重量为 G_1 ，则灰分：

$$Aad = \frac{G_1 - G_0}{G_4 - G_0}$$

（7）根据工业分析测定的数据及焦渣指数，通过经验公式计算出高位发热量 Q_{grad} 。

（8）升降电机上升至高位，等待进行下一个样品的测试。

（9）重复（1）→（8）进行下一个样品的测试。

（二）数据处理

选择数据处理中的数据查询，弹出数据查询对话框（见图 6）：



图 6 数据查询对话框

1. 查询条件

查询条件包括日期、样品编号飞灰、样品名称、Mad、Vad、Aad、Qgrad，可以选择一项，也可以选择多项进行查询。

2. 查询输入

当某项查询条件被选择后，该输入选项被激活，输入相应的查询范围或名称后，点击查询按钮，系统将会将满足条件的数据记录输出到表格中，并以不同基准来显示（Vd/Var/Ad/Aar 项表示：如果 Mt 为零，则表示干基，否则表示收到基）。如果想打印输出该数据，则可以点击打印按钮。

3. 查询预览

在打印数据之前，可对数据进行预览，查看打印机状态以及纸张的设定情况，如纸张被设成横向，需改为纵向，这样可以更好地打印出你需要的数据。

五、注意事项

- (1) 炉体在加热或散热过程中，请不要用手或其他物体接触高温炉壁，以防灼伤手或损坏其他物体。
- (2) 测试结束后，请小心取出坩埚，将其放置在专用工作台上，因为此时坩埚温度很高，所以请不要将坩埚随意乱放，以免烫伤。

实验二 煤中碳和氢的测定

碳、氢元素是构成煤有机质的主要元素，是评价煤质的重要参数。碳、氢的含量可作为表征煤化程度的指标。碳、氢元素含量是煤炭加工利用的主要依据，如液化用煤要求氢的含量高些，而气化用煤要求碳的含量高些。碳、氢元素也可用于燃烧和气化过程的热量平衡、物料平衡及计算燃烧量、理论燃烧温度等。目前国内外煤炭多以发热量计价，碳和氢的含量直接影响煤发热量的大小。所以测定碳、氢元素含量是煤炭加工利用和煤炭科学研究必不可少的指标，已受到煤炭部门的密切关注。

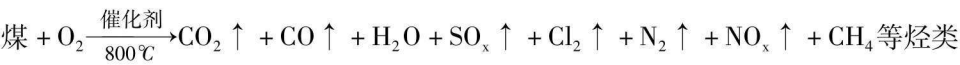
煤中碳和氢在氧气中燃烧时，生成二氧化碳和水。CLCH-1 型全自动碳、氢测定仪（以下简称仪器）符合国标 GB/T476-2008《煤中碳和氢的测定方法》的规定。仪器采用库仑法测氢，重量法测碳，从而间接求得碳和氢的含量。

一、实验目的

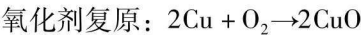
- (1) 掌握三节炉法测定煤中碳、氢元素含量的基本原理。
- (2) 了解三节炉的结构和燃烧管的充填方法，并学会实验操作。

二、实验原理

(一) 煤的燃烧反应



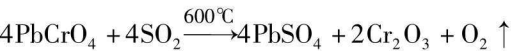
为确保煤的热解产物的充分燃烧，需在燃烧管中充填氧化剂 CuO，其反应如下：



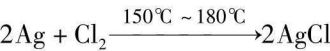
(二) 脱除杂质的反应

煤经燃烧后生成的硫氮等酸性氧化物和氯气必须除去，否则将被二氧化碳吸收剂吸收，影响碳的测值。煤中硫和氯对碳测定的干扰在三节炉中用铬酸铅和银丝卷消除，氮对碳测定的干扰用粒状二氧化锰消除。

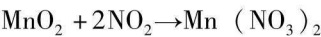
1. 脱 硫



2. 脱 氯

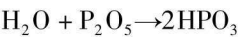


3. 脱 氮

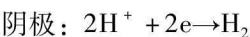
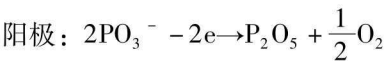


(三) 电解反应

一定量的煤样于 850℃ 在高锰酸银热解产物作用下，在氧气流中燃烧，生成的水与 Pt - P₂O₅ 电解池中的五氧化二磷反应生成偏磷酸，其反应方程式如下：

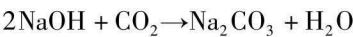


电解偏磷酸，在 Pt - P₂O₅ 电解池内产生如下反应：



随着电解反应的进行，偏磷酸越来越少，生成的氧气和氢气随氧气流排出，而五氧化二磷得以再生，电解电流也随之下降。当电解电流降至终点电流时，电解结束。根据电解所消耗的电量应用法拉第定律即可计算出煤中氢的含量。

生成的二氧化碳用无水氯化钙或无水高氯酸镁吸收二氧化碳，吸收剂一般选用碱石棉，主要成分为氢氧化钠。其吸收反应方程式如下：



三、仪器设备和试剂

(一) 仪器设备

仪器主要由化学分析系统和控制系统两部分构成，分析系统样品测试流程如图 1：

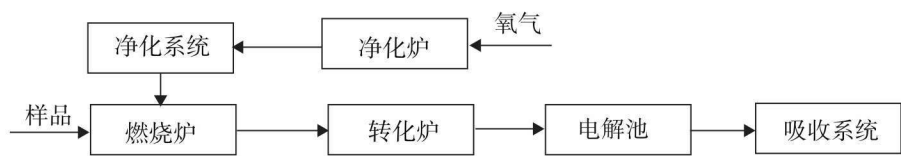


图1 分析系统样品测试流程图

氧气以约 80mL/min 的流量经净化炉及净化系统后得到纯净（不含 CO₂ 和 H₂O）的氧气流送入燃烧炉作载气，样品在燃烧炉内燃烧后生成的 CO₂、H₂O 及硫、氯、氮的化合物，经转化炉除去硫、氯化物，再进入电解池，H₂O 被电解池内 P₂O₅膜吸收生成 HPO₃，氮化合物和 CO₂ 分别被吸收系统中的吸收剂吸收。

CLCH-1 型全自动碳、氢测定仪主要由主机、炉体、净化系统、吸收系统、Pt-P₂O₅电解池组成。主机是仪器的控制操作系统，主要作用为：①温度控制显示；②氢积分显示；③时间显示；④氢电解电流指示；⑤Pt-P₂O₅电解池的涂膜、空白、测定控制。主机前面板见图 2。

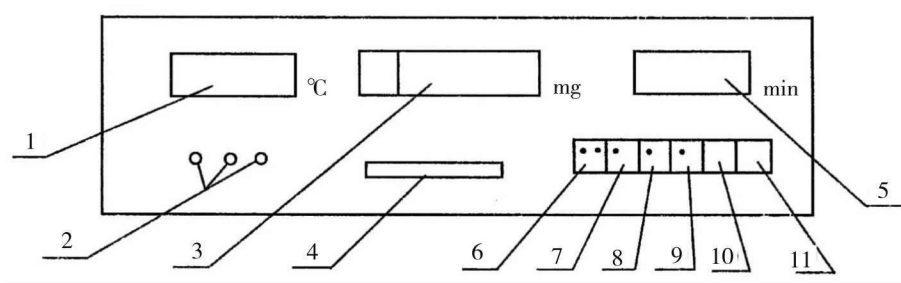


图2 CLCH-1 型全自动碳、氢测定仪主机前面板示意图

1—三段炉温显示器；2—炉温显示指示灯；3—氢的含量显示值；4—电解电流指示灯；5—时间显示窗口；6—极性键；7—涂膜键；8—空白键；9—测定键；10—预处理键；11—复位键

炉体由净化炉、燃烧炉、转化炉等组成，温度分别控制在 800 ± 10℃、850 ± 10℃、300 ± 10℃，净化炉炉膛中装有内装线状氧化铜的石英净化管，起净化氧气的作用。燃烧炉和转化炉炉膛内装有石英燃烧管，样品在燃烧管内燃烧，并经燃烧管内的催化剂高锰酸银热解产物转化，硫生成二氧化硫和三氧化硫被高锰酸银吸收，碳生成二氧化碳，氢生成水。燃烧、净化、转化三段炉温度由各自对应的热电偶检测，三段炉互不干扰，互为独立。

三段炉在炉体机箱内的分布介绍见图 3。

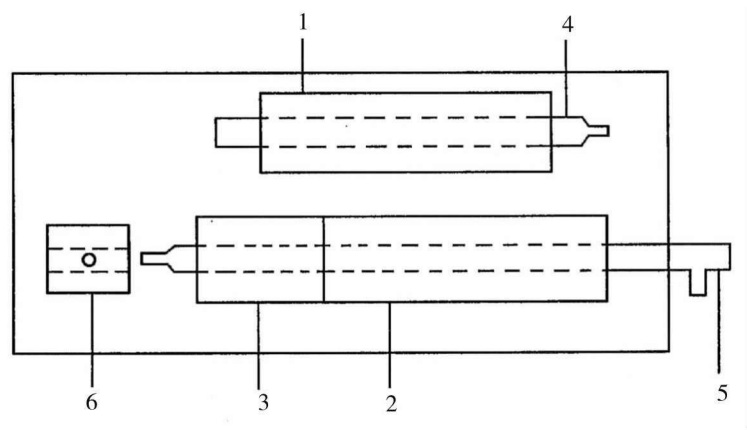


图3 三段炉炉体部分俯视图

1—净化炉；2—燃烧炉；3—转化炉；4—石英净化管；5—石英燃烧管；6—电解池支架

净化系统由三支分别装有变色硅胶、氢氧化钠、无水高氯酸镁的干燥管和流量计组成。主要作用是载气氧气经 800℃ 净化炉在氧化铜的作用下，其中碳、氢成分分别转变为二氧化碳和水后，二氧化碳和水随载气流经净化系统被吸收，得到纯净的氧气，流量计是用来观察氧气流量的，氧气流量的大小由安装于氧气瓶口的氧气吸入器进行调节。

吸收系统由吸氮管、吸水管、二氧化碳吸收管（简称吸碳管）、气泡计等组成。主要作用是除氮、吸水和二氧化碳吸收。

Pt - P₂O₅ 电解池内涂有 P₂O₅ 膜，用以吸收样品燃烧生成的水，进行氢的测定。

(二) 试剂及材料

①变色硅胶（工业品）；②氢氧化钠，块状或颗粒状，化学纯；③无水高氯酸镁，二级，粒度 1 ~ 3mm，化学纯；④氧化铜，二级，线状（长约 3mm）；⑤碱石棉（二级或三级），或粒度 2 ~ 3 mm 的钠石灰；⑥高锰酸银热解产物，用化学纯高锰酸钾和化学纯硝酸银制备；⑦粒状二氧化锰，化学纯，制成 2 ~ 3mm 备用；⑧三氧化二铬，化学纯，粉状；⑨硫酸，化学纯，比重 1.84；⑩Pt - P₂O₅ 电解池涂膜液，用磷酸（分析纯）丙酮（分析纯）配制。

高锰酸银热解产物的配制方法：称取 100 克高锰酸钾溶于 2 升蒸馏水中，另取 107.5 克硝酸银先溶于约 50mL 蒸馏水中，在不断搅拌下，倾入沸腾的高锰酸钾溶液中搅拌均匀，逐渐放冷，静置过夜则生成有光亮的晶体，用真空泵抽滤，再用蒸馏水洗涤数次，在 60℃ ~ 80℃ 干燥 4 小时，每次取少量晶体放在器皿中，在酒精灯上缓缓加热至骤热分解，得疏松银灰色残渣，收集在磨口瓶内备用。未分解的高锰酸银不宜大量贮存，以免受热分解，不安全。

电解池涂膜液的配制方法：分别量取 3mL 磷酸、7mL 丙酮倒入 10mL 量筒中，充分摇匀即可。

四、实验准备

(1) 仪器使用前必须先将石英燃烧管、石英净化管、玻璃净化管（三根）、流量计、燃烧舟（取样舟）、气泡计、U 形管及电解池等器皿清洗干净，烘干，分别充填适量的试剂，并将仪器气路按图 4 所示框图连接好后待用。

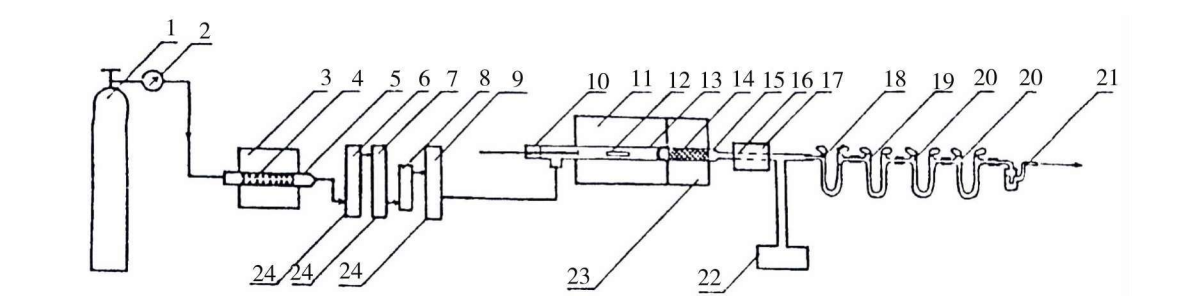


图 4 电量—重量法碳、氢测定仪气路连接图

1—氧气钢瓶；2—氧气吸入器；3—净化炉；4—线状氧化铜；5—净化管；6—变色硅胶；7—固体氢氧化钠；8—氧气流量计；9—无水高氯酸镁；10—带推棒的橡皮塞；11—燃烧炉；12—燃烧舟；13—燃烧管；14—高锰酸银热解产物；15—硅酸铝棉；16—Pt - P₂O₅ 电解池（简称电解池）；17—冷却水套；18—除氮 U 形管；19—吸水 U 形管；20—吸收二氧化碳 U 形管；21—气泡计；22—电量积分器；23—转化炉；24—气体干燥管

①石英净化管。

石英净化管装在净化炉膛内，管内中央装有线状氧化铜，用量约 100g，如图 5 所示，广口用带玻璃管的橡皮塞塞好，引接至氧气瓶上氧气吸入器，另一端接净化系统。

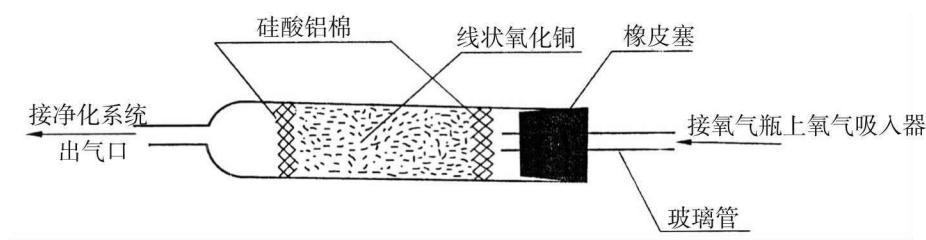


图5 石英净化管示意图

②三只玻璃净化管、流量计。

三只玻璃净化管大小一样，如图6，a管内装变色硅胶，b管内装固体氢氧化钠（可用碱石棉或钠石灰代替），c管内装无水高氯酸镁。按照图6所示装好药品后，将三只净化管及流量计用聚氯乙烯软管串接好。连接方法：a管出气口与b管进气口相连，b管出气口与c管进气口相连，c管出气口与流量计进气口相连，流量计的出气口下接石英燃烧管进气口，a管进气口与石英净化管出气口相连接。

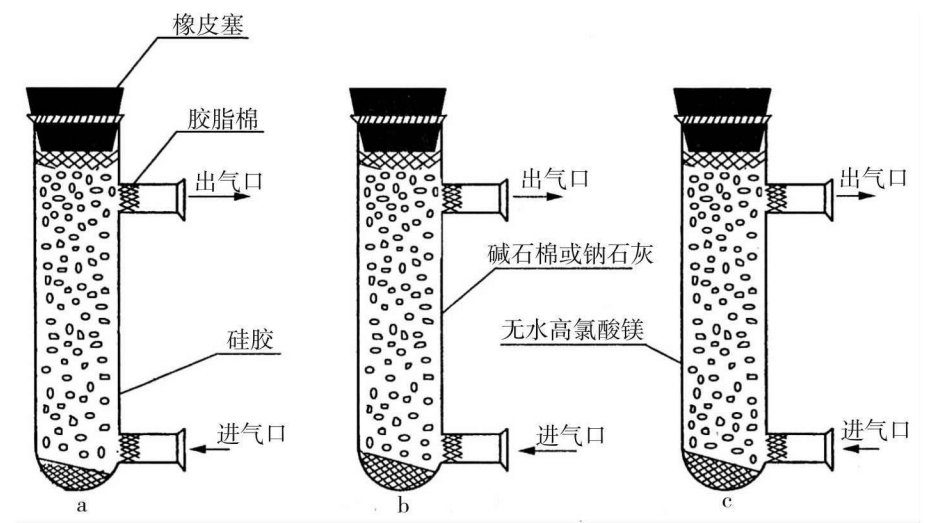


图6 三只玻璃净化管

③石英燃烧管。

样品燃烧转化均在石英燃烧管内，如图7所示，出口处约100mm，装有高锰酸银热解产物，装好后伸进燃烧炉和转化炉膛内，将出气口处下接电解池进气口，石英燃烧管进气口与流量计出气口相连接，进样口（广口）用带推棒的橡皮塞（见图7）塞紧。

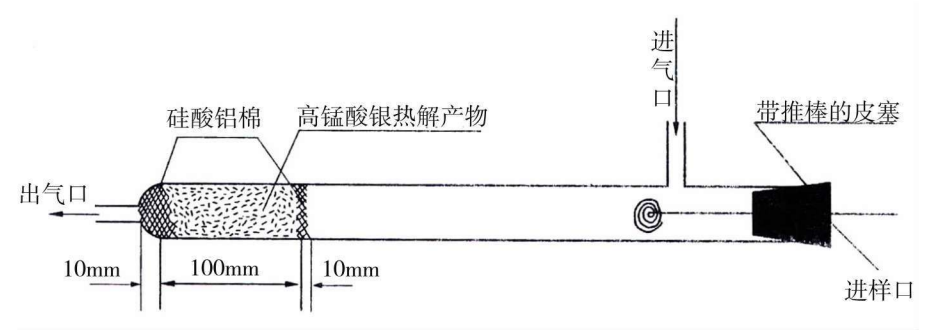


图7 石英燃烧管示意图

注意：除氧气钢瓶至石英净化管入口这一段可用乳胶管（规格 $\Phi 6 \times 9\text{mm}$ ）外。其他连接处均

需用聚氯乙烯软管和硅橡胶管。乳胶管本身尚有一些透气性和不抗氧化性，故不宜采用。石英净化管出口到变色硅胶净化管（包括各净化管之间的连接）及充填无水氯化钙（或无水高氯酸镁）的净化管到燃烧管全部使用聚氯乙烯软管，先用电吹风热风挡，吹热聚氯乙烯软管和玻璃支管，趁热将聚氯乙烯软管套在玻璃支管上。

④带推棒的橡皮塞。

按图 8 所示，在 4 号橡皮塞上打一个直径 $\Phi 6 \sim 7\text{mm}$ 的孔，插一长约 40mm 的玻璃管，其一端装一个橡皮帽（翻胶帽），橡皮上穿一小孔，好使镍铬丝推棒穿过，将带推棒的橡皮塞塞在燃烧管入口端。使用时，橡皮塞应紧塞于燃烧管。如塞不紧，亦会造成气密性不好，导致测定值不准。

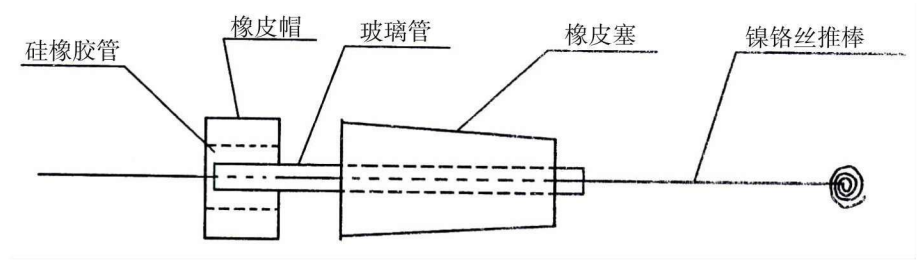


图 8 带推棒的橡皮塞示意图

⑤Pt - P₂O₅ 电解池及散热套。

电解池是由外径为 $\Phi 10\text{mm}$ 的玻璃管，管内用两根铂丝平行地嵌绕而成（使用时参见处理电解池），这种结构的电解池称为内壁式 Pt - P₂O₅ 电解池（见图 9）。电解池有两电极引出线与仪器相连，电解池的外部加有散热套，散热套一端为进水口，另一端为出水口。

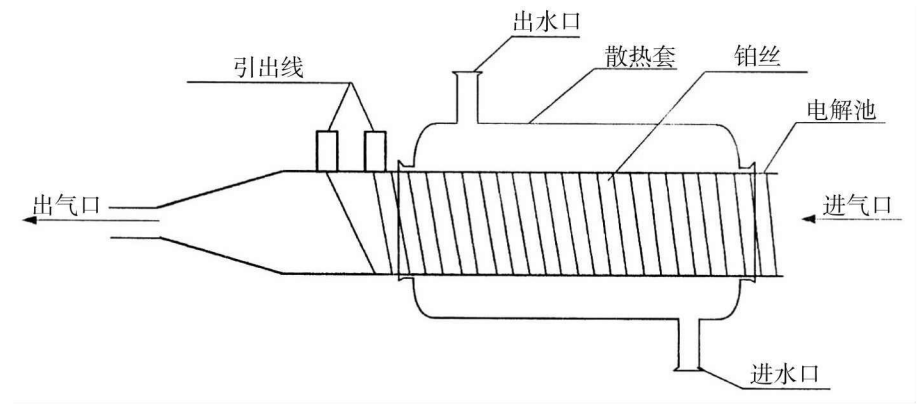


图 9 电解池及冷却套示意图

燃烧管出气口端与电解池进气口端要口对口连接，然后用厚壁硅橡胶管封接好。口对口连接要使煤燃烧生成的水一出燃烧管就能立即进入 Pt - P₂O₅ 电解池进行电解，确保测定值不偏低。电解池与燃烧管连接后，一定要用手按一下硅橡胶管，感觉一下电解池与燃烧管是否已口对口相碰，如没有，则一定要将电解池推向燃烧管，直到口对口连接良好。

⑥U 形管。

U 形管带支架和磨口塞（如图 10 所示）。a 管为吸氮管，内装二氧化锰；b 管为吸水管，内装无水高氯酸镁，吸碳管为两只一套，可先准备两套（四只）。图 10 中 c、d 管为一套，每只管内约五分之四装吸收剂碱石棉，其余装无水高氯酸镁。

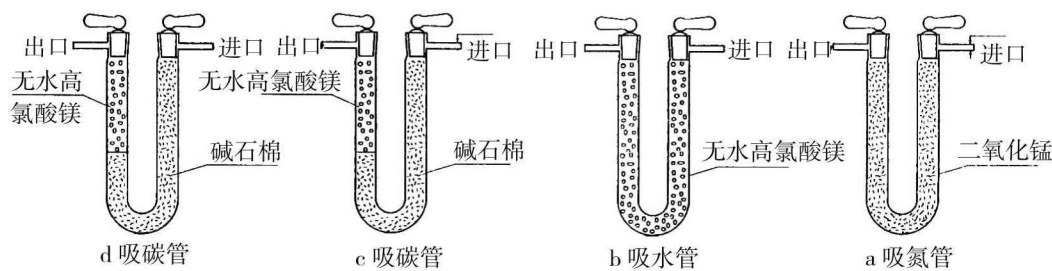


图 10 U 形吸收管

按照图 10 所示装好药品后，用硅橡胶管将四只 U 形管连接到气路中，其连接方法：a 管进口上接电解池出口，a 管出口与 b 管进口相连，b 管出口与 c 管进口相连，c 管出口与 d 管进口相连，d 管出口下接气泡计。

⑦气泡计。

气泡计一般容量为 10mL，内装少量浓硫酸，进口与 U 形管 d 的出口用硅胶管相连。

⑧燃烧舟（取样舟）。如图 11 所示，一般选用规格为 77mm 的瓷舟。

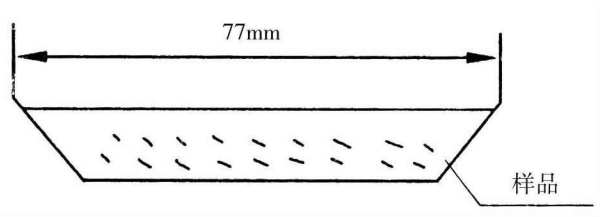


图 11 燃烧舟

(2) 仪器气路气密性检查。

将仪器气路按图 4 连接好后，检查整个系统的气密性，排除漏气因素，直到每一部分都不漏气为止。

具体方法：仪器连接好后，以 80mL/min 的流速通入氧气，关闭靠近气泡计处 U 形管（d 吸碳管）的磨口活塞，观察氧气流量计的浮子，若此时浮子降到 20mL 以下，说明系统气密性好。注意：检查气密性时间不宜过长，否则会使 U 形管活塞或净化系统橡皮塞弹开，造成不良后果。

整个碳、氢测定仪气路必须保持气密，这一点对获得小而稳定的空白值和准确的碳、氢测定结果至关重要。

(3) 处理 Pt - P₂O₅。

①清洗电解池。先将其用自来水冲洗，用外径略小于 5mm 的软毛刷沾一些洗涤剂或洗衣粉慢慢地沿着螺纹方向向里旋。注意：旋到两引出线处不要再向里旋，然后慢慢地向外旋，退出小毛刷，反复向内向外旋几次，再用水冲洗数次，将电解池对光亮处照看一下，看铂丝是否光亮无斑点，如有发黑处，可重刷数次，直至光亮，再用蒸馏水冲洗，最后用丙酮或无水乙醇脱水，用电吹风热风吹干，用万用表测量电解池两极间电阻，应接近于无穷大，表明电解池已清洗完好。

②涂膜。将电解池粗端倾斜向上，用碳、氢测定仪专用 Pt - P₂O₅ 电解池涂膜液分三次向电解池内侧倾倒。第一次将涂膜液涂到池体的 1/3 处；第二次涂到池体后端两铂极 2/3 处；第三次再涂到池体的距电极抽头 10mm 处。每一次滴加涂液后，都需转动电解池，让池内铂丝浸潮，并用电吹风冷风吹挡至无丙酮气味。

③装接电解池。准备长约 1 ~ 2cm 的粗硅橡胶管，套一半在电解池粗端。右手握住石英燃烧管的进样端，左手将电解池上的另一半粗硅橡胶管套在石英管出口端。如前所述要口对口接好。然后装上电解池散热套，上好夹子螺钉，固定石英管进样口处的螺钉，连接好电解池两端的引出线。

电解池细端用白硅橡胶管与二氧化锰 U 形管相连接。

装电解池时，要注意电解池细端应微微向上倾斜（大约 5° ），冷却水应从冷却水套下面水嘴进，上面的水嘴出。

④五氧化二磷膜的生成。通入氧气（流速为 $80\text{mL}/\text{min}$ ），打开冷却水，开启电源，先按复位键，再按涂膜键，电解应正常进行，电解极性上的指示灯（+、-）每 3min 自动翻转，直至电解结束，五氧化二磷膜形成完毕。

五、测定步骤

分析样品时应注意首先避免各方面的人为污染，如手汗、器皿等，特别是南方雨季较多，空气潮湿，备用的器皿、煤样等要及时放置在干燥容器内，减少不必要的分析误差。

①打开氧气路，通冷却水。调节氧气吸入器（压力表）旋钮，使流量指示为 $80\text{mL}/\text{min}$ ，调节冷却水，使水流出时呈细水柱状即可。

②开启电源，在升温的同时，做 U 形管（二氧化碳吸收管）恒重试验。将二氧化碳吸收管磨口塞旋开，与系统连接，并接上气泡计，接通氧气使氧气流速保持 $80\text{mL}/\text{min}$ ，按一下复位键，待仪器报点（ 10min ）后，取下吸收管，关闭活塞。在天平旁放置 10min 左右，称量，再与仪器相连，重复上述试验，直到二氧化碳吸收管质量变化不超过 0.0005g 时为恒重。

③选择极性开关。仪器的极性转换键，应每天交换，这对维持电解池良好工作状态大有益处。

所谓交换极性就是交换电解电源两极间的极性。如果我们一直令一根铂丝为阳极（与电源的正极相连），另一根铂丝为阴极（与电源的负极相连），则会看到电解一段时间后，电极的一根铂丝会逐渐从银白色变成黑色，最后这根作为阴极的铂丝上沉结有黑色发亮的油状物（阴极泥），用洗涤剂甚至浸入热浓的硫酸—重铬酸钾溶液中亦不能将它除去。铂丝发黑后，电解池性能就会逐渐恶化。试验中如每天改变电解池两根铂丝的极性，可长期地保持铂丝不变色。测定时电解电流下降平稳，空白值小而稳定。

④待三段炉温升至需要的温度指示值后，即可做正式样品分析（若是新电解池则做一废样，以平衡电解池状态。作废样不需连上吸碳管，样品亦无须标准，步骤与分析正式样品一样）。

⑤废样做完后，在预先灼烧过的燃烧舟中称取粗度小于 0.2mm 的空气干燥煤样（煤样须用转瓶法混合均匀） $60\sim 65\text{mg}$ （标准到 0.0002g ）的样品并均匀铺平，在煤样上盖一层三氧化铬，可把此燃烧舟暂存入不带干燥剂的容器中。

⑥接上已恒量的二氧化碳吸收管和气泡计，并以 $80\text{mL}/\text{min}$ 的流速通入氧气。按预处理键，将电解池电解到终点，清除残余水分。打开带有镍铬丝推棒的橡皮塞，迅速将燃烧舟放入燃烧管入口端，及时塞紧带推棒的橡皮塞。用推棒推动燃烧舟，使舟的一半进入燃烧炉口，按复位、测定键，见煤样燃烧后（约 90s ），可将全舟推入燃烧炉口，待样品燃烧平衡无火星后（约 3min ）即可将全舟推入高温区，并立即拉回推棒，不要让推棒红热部分回拉到靠近橡皮塞处，以免使橡皮塞过热分解。

⑦ 10min 后（电解已达到终点，否则需适当延长时间），取下二氧化碳吸收管，关闭活塞，在天平旁放置 10min 后称量（称量前应瞬间旋开一下 U 形管旋塞），记下仪器显示的毫克数。打开带推棒的橡皮塞，用带钩镍铬丝棒取出燃烧舟，塞上带推棒橡皮塞。

⑧氢空白值的测定。测定氢的空白值可与二氧化碳吸收管的恒重试验同时进行，也可在碳、氢测定之后进行。

在三段炉温达到指定温度后，保持氧气流速为 $80\text{mL}/\text{min}$ 。按预处理键，将电解池电解到终点，清除系统残余水分。在一个预先灼烧过的燃烧舟内加适量的三氧化二铬（数量和煤样分析时相当），打开带推棒的橡皮塞，放入燃烧舟，塞紧橡皮塞，按空白键。用推棒将燃烧舟一次性推到高温带，立即拉回推棒， 9min 后，仪器自动电解，等待电解到达终点后，记下仪器显示的氢毫克