МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

Oil products. Method for the determination of gross calorific value and calculation of net calorific value

ГОСТ 21261—91

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на жидкие топлива (мазут, бензин, бытовое, газотурбинное и дизельное), углеводородные и кислородсодержащие компоненты жидких топлив и устанавливает метод определения высшей теплоты сгорания калориметрическим методом в изотермическом и адиабатическом режимах при постоянном объеме и вычисление низшей теплоты сгорания.

Сущность метода заключается в полном сжигании массы испытуемого жидкого топлива в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода и измерении количества теплоты, выделившейся при сгорании топлива и вспомогательных веществ, а также при образовании водных растворов азотной и серной кислот в условиях испытания.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 2517.

1.2. При испытании нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 38 °С перед заполнением ампулы пробы охлаждают в течение 15—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 допускается проводить испытания без герметизации пробы полимерной пленкой.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Калориметры сжигания с бомбой жидкостные типов В-08, В-09, В-08МА, В-08МБ с изотермической водяной оболочкой по ТУ 25—11.1426 и другие калориметры, обеспечивающие получение результатов определений в пределах допускаемых расхождений, указанных в разд. 6.

Примечание. При изотермическом режиме водяная оболочка должна быть снабжена средством поддержания постоянной температуры с погрешностью до ± 0,1 °С. Подъем температуры сосуда требует введения поправки на теплообмен калориметра с окружающей средой. При адиабатическом режиме водяная оболочка должна быть снабжена нагревателем, способным поддерживать температуру в оболочке, отличающейся от температуры сосуда после сжигания пробы топлива не более чем на 0,1 °С. Когда устанавливается равновесие при 25 °С, изменение температуры сосуда калориметра не должно превышать 0,0005 °С/мин. Подъем температуры сосуда не требует введения поправки на теплообмен калориметра с окружающей средой.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 200 г не ниже 2-го класса и с наибольшим пределом взвешивания до 10 кг не ниже 4-го класса по ГОСТ 24104*.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное
★

gost.e-ecolog.ru

Термометры:

стеклянный ртутный с равноделенной шкалой, рассчитанной на измерения температур в диапазоне 4 °С и с ценой деления шкалы 0,01 °С по ГОСТ 13646;

метастатический переменного наполнения с пределом измерения основной шкалы от 0 до 5 °С и с ценой деления 0,01 °С;

термометры сопротивления платиновые (ТСП) с диапазоном измеряемых температур от минус 50 до плюс 150 °С.

Для считывания показаний термометра применяют:

оптическое устройство с увеличением в 5—9 раз с погрешностью отсчета не более 0,002 °С;

регистратор, состоящий из измерительного блока и цифрового вольтметра с пределом допускаемой погрешности в диапазоне от 1,000 до 3,000 В не более ± 0,15 % и любой прибор для измерения температуры, который после корректировки имеет погрешность измерения не более 0,002 °С.

Термометр с диапазоном измерения температуры от 0 до 100 °С и ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 28498.

Прибор переносной комбинированный электроизмерительный по ГОСТ 10374 или миллиомметр Е-6—12 по ГОСТ 23706.

Тигель для сжигания из жаропрочной нержавеющей стали, хромоникелевого сплава, кварца или платины диаметром основания 15—25 мм, высотой 14—20 мм, толщиной стенок кварцевого 1,5 мм, а металлического — 0,5 мм.

Тигель с бортиком 5—6 мм для герметизации испытуемого нефтепродукта коллодиевой пленкой.

Редуктор кислородный с манометром высокого давления на 24,5—29,4 МПа для контроля давления в баллоне и манометром низкого давления на 0—5 МПа для измерения давления в бомбе или манометр с игольчатым вентилем и предохранительным клапаном, срабатывающим при давлении 3,3—3,5 МПа, установленный на подводящей линии для предохранения переполнения бомбы.

Трубки металлические цельнотянутые кислородподводящие с ниппелями.

Секундомер или устройство для измерения времени с погрешностью не более 1 с. Оно может быть снабжено звуковым сигналом с интервалом в 30 с.

Пинцет для закрепления проволоки для запала на внутренней арматуре бомбы.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336:

стакан вместимостью 400 или 600 $см^3$;

колба типа Кн вместимостью 250 или 500 $см^3$, исполнений 1 и 2;

стаканчик для взвешивания типа СВ или колба типа Кн с притертой пробкой вместимостью 10 и 25 $см^3$;

воронка стеклянная лабораторная;

эксикатор диаметром 190 мм.

Бюретка вместимостью 25 или 50 $см^3$ по НТД.

Пипетка вместимостью 1 и 2 $см^3$ по НТД.

Промывалка вместимостью 500—1000 $см^3$ с резиновой или пластмассовой грушей.

Шприц медицинский вместимостью 1—10 $см^3$.

Вставка для эксикатора диаметром 175 мм по ГОСТ 9147.

Проволока для запала:

константановая неизолированная мягкая диаметром 0,1—0,15 мм с удельной теплотой сгорания 3140 кДж/кг по ГОСТ 5307;

медная круглая электротехническая марки ММ диаметром 0,1—0,15 мм с удельной теплотой сгорания 2510 кДж/кг по ТУ 16.К71—87;

никелевая диаметром 0,1—0,2 мм с удельной теплотой сгорания 3240 кДж/кг по ГОСТ 2179;

железная или стальная диаметром 0,1—0,2 мм с удельной теплотой сгорания соответственно 7500 и 6690 кДж/кг.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Пленка полиэтилентерефталатная по ГОСТ 24234 или любая другая, хорошо сгорающая в атмосфере кислорода.

Нить хлопчатобумажная с теплотой сгорания 16240 кДж/кг по ГОСТ 6309.

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

Кислота бензойная ос. ч. — образцовая мера по ТУ 6—09—4985, аттестованная по теплоте сгорания при 25 °С; для бензойной кислоты чистотой не менее 99,9 % стандартная удельная теплота

сгорания составляет 26454 кДж/кг при взвешивании в воздухе и 26434 кДж/кг для массы навески, приведенной к вакууму.

Коллодий медицинский или полиграфический, раствор в этиловом эфире.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислород в баллоне газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583. Не допускается применять кислород, полученный методом электролиза воды.

Калия гидроокись по ГОСТ 9285 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 0,1 моль/дм^3, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Индикатор метиловый красный, 1 %-ный спиртовой раствор.

Углерода двуокись (сухой лед) по ГОСТ 12162.

Ангидрид фосфорный по ТУ 6—09—4173, кальций хлористый по ТУ 6—09—4711 или магний хлорнокислый, безводный (ангидрон) по ТУ 6—09—3880.

Ацетон по ГОСТ 2768.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Требования безопасности

3.1.1. Калориметрические измерения теплоты сгорания необходимо проводить в отдельной комнате. Помещение должно быть защищено от прямого действия солнечных лучей. В помещении не должно быть установок, интенсивно излучающих тепло и создающих сильный поток воздуха. Изменение температуры окружающего воздуха за время работы калориметра не должно быть более 1 °С в течение 30 мин.

3.1.2. Правила безопасности работы с калориметрической установкой — по МИ 2096.

3.2. Определение эффективной теплоемкости

3.2.1. Метод определения эффективной теплоемкости заключается в проведении градуировки калориметра эмпирическим определением его эффективной теплоемкости при сжигании навески аттестованного образца вещества (бензойной кислоты) на той же аппаратуре и с теми же реактивами и материалами, что и при определении теплоты сгорания жидкого топлива. Эффективная теплоемкость калориметра — это количество теплоты, необходимое для подъема температуры калориметра на 1 °С при температуре 25 °С.

3.2.2. Эффективную теплоемкость калориметра необходимо определять ежеквартально. Внеочередную поверку проводят при изменении температуры помещения более чем на 5 °С, при замене частей бомбы, сосуда, термометров и т. д.

3.2.3. Эффективную теплоемкость в изотермическом режиме определяют по МИ 2096.

3.2.4. При определении эффективной теплоемкости в адиабатическом режиме после перемешивания воды в течение 10 мин снимают показание температуры (температура зажигания t_0) с погрешностью не более 0,002 °С. Зажигают пробу бензойной кислоты и через 5 мин считывают показания температуры с интервалом в 1 мин в течение 10 мин. Период между зажиганием пробы (t_0) и снятием показания конечной температуры (t_n) определяют как средний результат не менее шести измерений с погрешностью не более 1 мин. Устанавливают самый короткий период в минутах от зажигания пробы до второго из трех последовательных показаний, которые отличаются не более чем на 0,001 °С. Перемешивание воды выполняют с постоянной скоростью, обеспечивающей продолжительность этого интервала не более 10 мин. Заранее установленный интервал используют при всех определениях теплоты сгорания до тех пор, пока не будет установлено новое значение согласно п. 3.2.2.

3.3. Подготовка дизельных и котельных топлив без герметизации тигля

3.3.1. Навеску топлива массой от 0,6 до 0,8 г с погрешностью не более 0,0002 г, взятую из тщательно перемешанной пробы, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель.

3.3.2. Запальную проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец к кислородоподводящей трубке, другой к токоведущему штифту, и вытягивают среднюю часть отрезка проволоки, не свертывая ее в петлю. Тигель с навеской нефтепродукта помещают в кольцо токоведущего штифта. Вытянутая средняя часть укрепленного отрезка проволоки погружается в нефтепродукт, находящийся в тигле. Проволока не должна касаться тигля.

3.3.3. Определяют массу запальной проволоки, применяемой для зажигания вещества. Для

этого взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г 10—15 отрезков длиной от 65 до 70 мм и вычисляют среднюю массу одного отрезка.

3.4. Подготовка полимерной пленки

Пленку массой 0,5—1,0 г, определенной с погрешностью не более 0,0002 г, плотно свертывают, обвязывают хлопчатобумажной нитью известной массы и присоединяют к запальной проволоке. Для обеспечения нормального теплообмена при сжигании пленки температура воды в сосуде должна быть на 0,5—0,8 °С ниже температуры воды в оболочке для калориметров типов В-08 и В-09.

3.5. Подготовка жидких топлив с использованием тигля, герметизированного пленкой

3.5.1. Из пленки вырезают запальную полоску длиной 30—35 мм шириной 6—8 мм и кружок несколько большего диаметра, чем диаметр тигля с бортиком. Для покрытия тигля применяют только цельную пленку без отверстий, наносят стеклянной палочкой каплю раствора пленки в ацетоне или раствора коллодия в этиловом эфире на внутреннюю стенку чашечки и прикрепляют к стенке чашечки запальную полоску, опуская конец до дна тигля. Затем смазывают раствором бортик тигля и накладывают на него приготовленный кружок пленки, следя за тем, чтобы он полностью соприкасался с бортиком. Обрезают выступающий край кружка пленки и осторожно смазывают тонким слоем раствора край бортика, достигая полной герметичности в месте соприкосновения пленки с бортиком тигля. После нанесения пленки тигель оставляют на воздухе для просушки пленки. После этого делают надрез в выступающем конце запальной полоски, взвешивают тигель и определяют массу нанесенной пленки.

3.5.2. В тигель, приготовленный по п. 3.5.1, шприцем или пипеткой, осторожно прокалывая пленку, вводят 0,5—0,6 г испытуемого нефтепродукта, затем взвешивают его и определяют массу нефтепродукта с погрешностью не более 0,0002 г.

3.5.3. Тигель с навеской нефтепродукта укрепляют на кольце токоведущего штифта. Изгибают середину запальной проволоки в виде петли, которую продевают в надрез запальной полоски так, чтобы конец запальной полоски и запальная проволока находились над серединой тигля. Проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец к кислородпроводящей трубке, второй — к токоведущему штифту.

3.6. Подготовка жидких топлив с использованием полимерных ампул

3.6.1. Для изготовления ампул в соответствии с чертежом используют шаблон, состоящий из двух металлических деталей грушевидной или другой формы, скрепляемых в верхней части винтом, позволяющим свободное вращение и закрепление обеих половин. Два кусочка чистой пленки, предварительно протертых спиртом и высушенных, помещают между деталями шаблона, зажимают и аккуратно обрезают ножницами так, чтобы края пленки выступали снаружи примерно на 1 мм.

3.6.2. Шаблон зажимают между двумя вращающимися вокруг своих осей стержнями, чтобы было удобнее сваривать края пленки. Несваренным оставляют только горлышко ампулы для последующего введения образца.

3.6.3. Плоскую ампулу горлышком плотно надевают и укрепляют на коническом наконечнике (без иглы) медицинского шприца с выдвинутым поршнем. Опускают ампулу в горячую воду (80 °С) так, чтобы вода не попала внутрь ампулы, и осторожно раздувают ее воздухом при помощи шприца.

3.6.4. Изготовленную таким образом ампулу сушат воздухом, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.6.5. Медицинский шприц вместимостью от 1 до 2 $см^3$ наполняют испытуемым продуктом и вводят иглу через горлышко до дна ампулы. Заполняют ампулу осторожно, не допуская перелива жидкости через горлышко.

3.6.6. После заполнения горлышко ампулы на расстоянии примерно 4—5 мм от края перехватывают тонким зажимом с губками из вакуумной резины, которые достаточно надежно предотвращают вытекание жидкости из заполненной ампулы. Если в верхней части горлышка остается жидкость, ее удаляют воздухом. Убедившись, что через зажатое горлышко не просачивается жидкость, заваривают верх ампулы при помощи нагретой электроспирали или других приспособлений, не допуская обугливания.

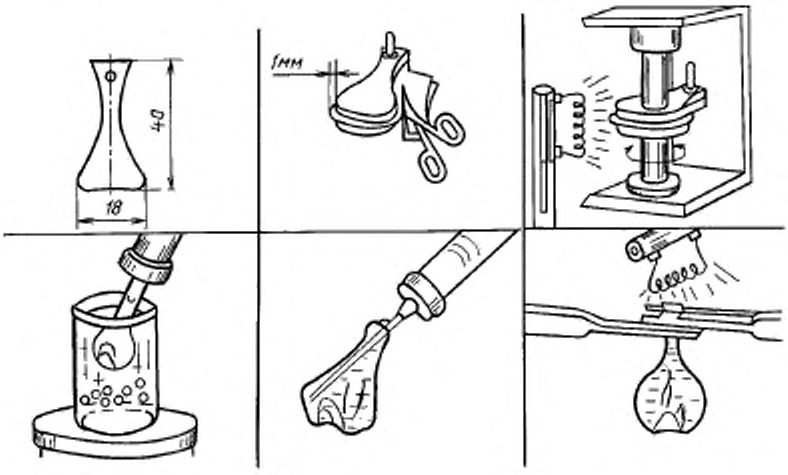
3.6.7. Если на поверхности заполненной ампулы имеются подтеки жидкого образца, ее опускают пинцетом в спирт, смывают остатки жидкости, обдувают сухим воздухом и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Определяют массу испытуемого образца по разности результатов. В течение 5 мин наблюдают за массой ампулы. Если масса не изменяется, то ампула герметична и

допускается к дальнейшему испытанию. В случае негерметичности ампулы повторяют процедуру по пп. 3.6.4—3.6.7 с другой ампулой.

3.7. Подготовка калориметрической бомбы, сосуда и оболочки

3.7.1. При использовании для испытаний бомбы с клапанами в верхней части (тип I) в корпус бомбы наливают 1 см^3 дистиллированной воды, вкладыш опускают в корпус бомбы и навинчивают на него гайку.

Последовательность изготовления ампул из полимерной пленки



При использовании для испытаний бомбы с клапанами в нижней части (тип II) наливают 1 см^3 дистиллированной воды в канавку крышки. На крышку с гайкой и контргайкой надевают корпус бомбы и ввинчивают в накидную гайку, затем затягивают контргайку.

3.7.2. Проверяют сопротивление цепи зажигания в бомбе. Для этого подключают проводники цепи зажигания на бомбе к выводам «Контроль зажигания» на панели калориметра. При включении переключателя «Контроль зажигания» загорится сигнальная лампочка. При отсутствии на панели выводов «Контроль зажигания» электроизмерительным прибором Ц4313 или миллиомметром Е6—12 проверяют сопротивление цепи зажигания в бомбе, которое не должно превышать 1 Ом.

3.7.3. Устанавливают бомбу в подставку и присоединяют к приспособлению для наполнения бомбы кислородом, не содержащим горючих веществ. Подачу кислорода в бомбу регулируют игольчатым клапаном. Бомбу медленно наполняют кислородом до давления 2,94 МПа, не вытесняя из нее воздух. При достижении требуемого давления закрывают впускной клапан бомбы и вентиль баллона и отсоединяют кислородподводящую трубку от бомбы. На клапаны бомбы навинчивают резьбовые колпачки с прокладками. Опускают бомбу в сосуд с дистиллированной водой и выдерживают 2 мин для проверки отсутствия утечки кислорода из бомбы. При отсутствии выделяющихся пузырьков кислорода протирают клапаны, к токовводам бомбы присоединяют проводники, вторые концы которых присоединяют к соответствующим контактам крышки сосуда.

3.7.4. Устанавливают бомбу в сосуд и проверяют, чтобы не было препятствий вращению мешалки сосуда. Заполняют сосуд дистиллированной водой так, чтобы верхние части бомбы были полностью погружены в воду. Масса воды в сосуде калориметра типа В-08 с бомбой типа I должна быть (3050 ± 2) г, а с бомбой типа II (3150 ± 2) г. У калориметра типа В-09 с бомбой типа I масса воды в сосуде должна быть (2950 ± 2) г, с бомбой типа II — (3050 ± 2) г. Для калориметров типов В-08МА и В-08МБ масса воды, заливаемой в сосуд с бомбой типов I и II, должна быть от 3000 до 3100 г. Взвешивают сосуд с водой и бомбой (без дужки) с погрешностью не более 1,0 г. Допускается взвешивать сосуд с водой без бомбы. Масса воды в калориметрических сосудах должна быть такой же, как при определении эффективной теплоемкости калориметра.

Масса сосуда с водой должна быть постоянной при всех определениях с данной бомбой и значение ее должно быть записано в исходные данные для расчета (приложение).

3.7.5. Сосуд устанавливают в гнездо калориметра. Подсоединяют контакты цепи зажигания, соединители нагревателя, двигателя и закрывают гнездо крышкой. Операции этого пункта относятся к калориметрам типов В-08, В-09 и В-08МА при работе с метастатическим термометром.

Метастатический термометр устанавливают в сосуде таким образом, чтобы ртутный резервуар находился на уровне середины бомбы. Выбранное положение термометра должно быть постоянным при всех определениях теплоты сгорания топлива и определении эффективной теплоемкости калориметра. Необходимо проверить положение ударника вибратора, который должен быть расположен с зазором 1—2 мм от термометра. Включают последовательно переключатели: «Сеть 220 В», «Осветитель», «Двигатель мешалки оболочки», «Двигатель мешалки сосуда», «Вибратор» и «Зуммер». Мешалки должны работать с постоянной скоростью в течение всего испытания.

3.7.6. Перед началом измерений на калориметре типа В-08 нагревают воду при помощи нагревателей в сосуде до 24,9 °С (до отметки 1,1 по шкале термометра), а в оболочке до 27,5 °С. У калориметра типа В-09 без обогрева оболочки начальную температуру воды в сосуде устанавливают ниже температуры воды в оболочке на 3—3,5 °С, а температура воды в оболочке должна быть равна температуре помещения, где проводится испытание (от 18 до 32 °С).

Температуру оболочки в калориметрах типов В-08МА и В-08МБ устанавливают равной 27,5 °С. В калориметре типа В-08МА устанавливают по шкале электроконтактного термометра температуру 27,5 °С и включают нагреватели нажатием кнопки «Нагреватели оболочки». При этом должна загореться сигнальная лампочка. Далее температура поддерживается автоматически с погрешностью не более ± 0,1 °С.

В калориметре типа В-08МБ автоматически регулируется температура сосуда и оболочки. При нажатой кнопке «МРО» о поддержании температуры оболочки в пределах (27,5 ± 0,05) °С свидетельствует световая индикация «СО-I» либо «СО-II».

При отсутствии сигналов «СО-I» или «СО-II» измеряют температуру оболочки с помощью термометра с ценой деления 0,1 °С, и, если температура оболочки окажется выше предела регулирования, необходимо подать в оболочку охлаждающую воду с расходом, обеспечивающим нормальную работу регуляторов. Точность поддержания температуры оболочки может быть увеличена выбором термоконтактора для всех рассматриваемых типов калориметров и подбором охлаждающей воды для калориметров типов В-08МА и В-08МБ.

Для калориметров типов В-08МА и В-08МБ начальная температура воды в сосуде должна быть не более 23,5 °С. Для выхода на режим калориметра В-08МА нужно включить нагреватель сосуда. При достижении температуры воды в калориметрическом сосуде значения (24 ± 0,2) °С (отметка 0,4 по шкале метастатического термометра) нужно выключить нагреватель. После 30 мин выдержки следует вновь включить нагреватель сосуда. При температуре 24,9 °С нагреватель сосуда отключают на 30 мин для того, чтобы компенсировать различия в собственной температуре бомбы при разных измерениях. При работе с регистратором (калориметр типа В-08МА) нагреватель сосуда первый раз отключается при температуре сосуда (24.2 ± 0,2) °С при значении 0,000 В по вольтметру Щ1516. Окончательно выключают нагреватель при напряжении по вольтметру 0,650 В.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Изотермический режим

4.1.1. Измерения температуры разбивают на три периода:

начальный — для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях начальной температуры опыта;

главный — сгорание навески, передача выделившегося тепла всей калориметрической системе и выравнивание температуры всех ее частей;

конечный — для учета теплообмена калориметра с окружающей средой в условиях конечной температуры опыта.

4.1.2. *Начальный период*

Необходимо измерить температуру помещения вблизи калориметра. После перемешивания воды не менее 10 мин для выравнивания температуры всех частей калориметра и наступления ее равномерного изменения за 5 мин до ожидаемого момента достижения температуры воды в сосуде (25 ± 0,2) °С для калориметра типа В-08 и (0,8 ± 0,2), выраженная в вольтах, для калориметра типа В-08МА или принятой на 3—5 °С ниже, чем температура помещения для В-09, начинают считывать показания температуры в течение 5 мин с интервалом 30 с. Последнее значение температуры начального периода является исходной температурой главного периода.

4.1.3. *Главный период*

При достижении температуры в сосуде калориметра типа В-08 (25 ± 0,2) °С, (0,8 ± 0,2) В типа В-08МА и принятой температуры для калориметра типа В-09 в момент соответствующего полуминутного отсчета нажимают кнопку в цепи зажигания для запала навески. Первый отсчет температуры в главном периоде производят непосредственно через 30 с после последнего отсчета в начальном периоде и далее с таким же интервалом. В главном периоде у калориметров типов В-08 и В-09 с бомбой типа I отсчитывают 20 показаний и с бомбой типа II—15 показаний, а для калориметра типа В-08МА для бомбы типа I—30 отсчетов, а для бомбы типа II—25 отсчетов. Главный период считают законченным с наступлением равномерного изменения температуры. При затруднениях с определением конца главного периода полуминутные промежутки, которые вызывают сомнение в равномерности изменения температуры, относят к главному периоду, увеличив таким образом его продолжительность на один-два интервала по 30 с.

4.1.4. *Конечный период*

Последний отсчет главного периода считают начальным отсчетом конечного периода, в котором снимают 10 показаний с интервалом 30 с и с погрешностью 0,002 °С.

4.1.5. Показание термометра снимают по третьему звуковому сигналу через 30 с. Перед каждым отсчетом температуры в течение 3—5 с слегка постукивают по термометру вибратором или палочкой, на которую надета резиновая трубка или корковая пробка. Данные записывают в протокол испытания. Примеры записи результатов испытаний приведены в приложении.

4.1.6. При считывании по шкале метастатического термометра в начальном, главном (с четвертого отсчета) и конечном периодах погрешность не должна превышать 0,2 наименьшего деления шкалы термометра. В главном периоде до четвертого отсчета погрешность считывания не должна превышать двух наименьших делений шкалы.

4.1.7. В калориметре типа В-08МБ автоматически запоминаются и обрабатываются измеренные температуры. Результат представляют в виде подъема температуры с учетом поправки на теплообмен. Одновременно обеспечивается возможность считывания температур, полученных в процессе калориметрического эксперимента. Для запуска программы выбирают требуемый вид работы, нажимая одну из кнопок на блоке управления кнопку «ЦПУ-1», «ЦПУ-2» при наличии цифропечатающего устройства. Для проведения опыта нажимают кнопку «Пуск». За ходом протекания опыта наблюдают по индикации на калориметрическом блоке и блоке управления. Для просмотра результатов измерений температуры нажимают кнопку «Просмотр», при этом в первой позиции индикаторного табло должен высветиться символ «П». При втором нажатии — поправка на теплообмен, при третьем — значение подъема температуры с учетом поправки на теплообмен, а при каждом последующем — измеряемая температура, начиная с начального периода. Номер измерения высвечивается в двух первых позициях индикаторного табло. Прерывают опыт или просмотр результатов нажатием кнопки «СТОП». После заполнения протокола нажимают на блоке управления соответствующие кнопки «СТОП».

4.2. Адиабатический режим

4.2.1. После перемешивания воды в сосуде и оболочке в течение 10 мин снимают показание температуры зажигания t_0 с погрешностью не более 0,002 °С. Зажигают пробу топлива.

4.2.2. Через заранее определенный интервал горения, который был установлен при определении эффективной теплоемкости (п. 3.2.4), считывают показание конечной температуры t_n с погрешностью не более 0,002 °С.

4.3. По окончании испытания выключают переключатели и сетевой выключатель, приподнимают (или вынимают) термометр, снимают крышку калориметра, отключают провода от зажимов бомбы, вынимают бомбу из сосуда. Снимают колпачки с клапанов бомбы, открывают выходной клапан и выпускают газ, разбирают бомбу. Собирают остатки запальной проволоки и взвешивают их с погрешностью не более 0,0002 г.

4.4. При отсутствии вкраплений сажи внутри бомбы или несгоревшего образца топлива смывают содержимое корпуса, крышки и тигля в стакан горячей дистиллированной водой. Все промывные воды (150—200 $см^3$) собирают в один стакан и подвергают анализу для определения массы серы, перешедшей при сжигании топлива в бомбе в серную кислоту. Внутреннюю поверхность бомбы и ее детали вытирают и, не закрывая клапанов, оставляют до последующего опыта открытой. Клапаны после окончания испытания продувают воздухом.

4.5. При сжигании серосодержащих топлив промывные воды могут быть использованы для определения содержания серы по ГОСТ 3877 с целью последующего введения поправки на теплоту образования раствора серной кислоты. В этом случае количество образовавшейся в бомбе азотной

кислоты не определяют, а теплоту образования ее раствора принимают равной установленной при определении эффективной теплоемкости калориметра по бензойной кислоте. Содержание серы в продукте может быть установлено отдельно в специальных опытах.

При определении теплоты сгорания нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 38 °С определяют серу по ГОСТ 19121.

Для других жидких нефтепродуктов содержание серы определяют по ГОСТ 1437.

4.6. При сжигании бензойной кислоты, пленки и образцов топлива, не содержащих серу, в стакан с промывными водами, содержащими азотную кислоту, образовавшуюся в условиях опыта, добавляют 2 капли метилового красного и титруют 0,1 моль/дм^3 раствором гидроокиси калия. Измеряют объем раствора гидроокиси калия, израсходованного на титрование, с целью вычисления поправки на теплоту образования раствора азотной кислоты.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Определение эффективной теплоемкости калориметра

5.1.1. Эффективную теплоемкость (C_i) в килоджоулях на градус в изотермическом режиме вычисляют по МИ 2096.

5.1.2. Эффективную теплоемкость (C_i) в килоджоулях на градус в адиабатическом режиме вычисляют по МИ 2096 без введения поправки на теплообмен калориметра с окружающей средой по формуле

$$C_i = \frac{Q_1 + Q_2 + Q_3}{\Delta t} = \frac{Q_1 + Q_2 + Q_3}{(t_n - t_0) \cdot z}, \qquad (1)$$

где $Q_1 = q_1 \cdot m_1$ — количество теплоты, выделившейся при сгорании бензойной кислоты, кДж;

q_1 — удельная теплота сгорания бензойной кислоты, кДж/кг;

m_1 — масса бензойной кислоты, кг;

$Q_2 = q_2 \cdot m_2$ — количество теплоты, выделившейся при сгорании запальной проволоки, кДж;

q_2 — удельная теплота сгорания проволоки, кДж/кг;

m_2 — масса сгоревшей проволоки, равная разности масс проволоки до и после сжигания, кг;

$Q_3 = q_3 \cdot V$ — количество теплоты, выделившейся при образовании и растворении в воде азотной кислоты, кДж;

q_3 — теплота образования 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора азотной кислоты, равная 6 10^{-3} кДж/см^3, рассчитанная из значения удельной теплоты образования азотной кислоты, равной 59,87 кДж/моль;

V — объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора щелочи, израсходованной на титрование, см^3;

t_n — показание термометра, соответствующее конечной температуре в делениях шкалы термометра или выраженная в вольтах;

t_0 — показание термометра, соответствующее конечной температуре зажигания в делениях шкалы термометра или выраженная в вольтах.

В конечную и начальную температуру главного периода (t_n, t_0) вводят поправку на калибровку термометра, если теплоту сгорания испытуемых образцов топлив определяют в интервале температур, отличных от интервала при определении эффективной теплоемкости;

z — средняя цена деления шкалы термометра, указанная в свидетельстве к термометру.

5.2. Измерение теплоты сгорания топлив на калориметрах, эффективная теплоемкость которых определена с погрешностью менее 0,1 %

5.2.1. Массу образца топлива (m_0) в килограммах вычисляют в вакууме по формуле

$$m_0 = m + m\left(\frac{\rho_a}{\rho_s} - \frac{\rho_a}{\rho_w}\right), \qquad (2)$$

где m — кажущаяся масса образца топлива в воздухе, кг;

ρ_a — плотность атмосферного воздуха, при заданной погрешности результата можно принять $\rho_a = 1{,}20$ кг/м^3;

ρ_s — плотность испытуемого топлива, определяемая по ГОСТ 3900, кг/м^3;

ρ_w — плотность материала гирь, кг/м^3.

5.2.2. Поправку на теплообмен калориметра с окружающей средой вычисляют по формуле

$$\Delta h = K\left(\frac{t_0 + t_n}{2} + \sum_{1}^{n-1} t_i - n\,\Theta_0\right) + n v_1, \tag{3}$$

где $K = \frac{v_2 - v_1}{\Theta_n - \Theta_0}$ — константа охлаждения калориметра;

$v_1 = \frac{t' - t_0}{n_0}$ и $v_2 = \frac{t_n - t''}{n_n}$ — средние скорости изменения температуры (температурный ход) в начальном и конечном периодах соответственно за 30 с, °С или выраженные в вольтах;

n_0, n, n_n — число измерений в начальном, главном и конечном периодах соответственно;

$\Theta_0 = \frac{t' + t_0}{2}$ и $\Theta_n = \frac{t_n + t''}{2}$ — средние температуры начального и конечного периодов соответственно, °С или выраженные в вольтах;

t_i — температура калориметра при некотором промежуточном отсчете в главном периоде, °С или выраженная в вольтах;

t', t'' — начальная температура начального периода и конечная температура конечного периода соответственно, °С или выраженная в вольтах.

5.2.3. Исправленный подъем температуры в опыте (Δt) в градусах Цельсия вычисляют по формуле

$$\Delta t = (t_n - t_0 + \Delta h)\cdot z + c, \tag{4}$$

где c — температурная поправка на выступающий столбик ртути, °С, рассчитывают по формуле

$$c = \alpha\,[t_n(t_n - t_a'') - t_0(t_0 - t_a')], \tag{5}$$

где α — коэффициент видимого расширения ртути в стекле, равный 0,00016;

t_a', t_a'' — температура окружающего воздуха в конце начального и в начале конечного периодов соответственно (при этом принимается, что t_n совпадает со средней температурой выступающего столбика ртути).

5.2.4. Продолжительность начального и конечного периодов опыта увеличивают до 20 измерений.

5.3. Определение удельной теплоты сгорания пленки

Удельную теплоту сгорания пленки (q_4) в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$q_4 = \frac{c_r \cdot \Delta t - Q_2 - Q_3 - Q_5}{m_4}, \tag{6}$$

где Δt — исправленный подъем температуры в сосуде, °С или выраженный в вольтах;

$$\Delta t = (t_n - t_0 + \Delta h)\cdot z, \tag{7}$$

где Δh — поправка на теплообмен калориметра с окружающей средой в делениях шкалы термометра или выраженная в вольтах; вычисляют по формуле (3) или (8)

$$\Delta h = \frac{v_1 + v_2}{2} \cdot n_1 + v_2 \cdot n_2, \tag{8}$$

где n_1 — число отсчетов главного периода с быстрым повышением температуры (0,3 °С и более);

n_2 — то же, с медленным повышением температуры ($n_2 = n - n_1$).

Значение n_1 устанавливают также по табл. 1 в зависимости от критерия a

$$a = \frac{t_a - t_0}{t_n - t_0}, \tag{9}$$

где t_a — температура по истечении 2 мин главного периода;

Таблица 1

a	n_1	a	n_1
До 0,50	9	Св. 0,82 до 0,91	5
Св. 0,50 до 0,64	8	» 0,91 » 0,95	4
» 0,64 » 0,73	7	» 0,95	3
» 0,73 » 0,82	6		

$Q_5 = q_5 \cdot m_3$ — количество теплоты, выделившейся при сгорании хлопчатобумажной нити, кДж;

q_5 — удельная теплота сгорания хлопчатобумажной нити, кДж/кг;

m_3 — масса хлопчатобумажной нити, кг;

m_4 — масса пленки, кг.

Теплоту сгорания пленки вычисляют как среднеарифметическое не менее трех измерений.

5.4. Вычисление теплоты сгорания испытуемых топлив

5.4.1. Теплоту сгорания испытуемой пробы топлива в бомбе ($Q_{\text{в}}^{a}$) в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$Q_{\text{в}}^{a} = \frac{c_1 \cdot \Delta t - q_4 \cdot m_4 - q_2 \cdot m_2}{m}. \qquad (10)$$

За результат испытаний принимают среднеарифметическое результатов двух последовательных измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 130 кДж/кг.

5.4.2. Высшую теплоту сгорания (Q_s^a) испытуемой пробы топлива в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$Q_s^a = Q_{\text{в}}^{a} - \left(94S^a + \frac{q_3 \bar{V}}{m}\right) + \Delta Q_s, \qquad (11)$$

где 94 — теплота образования серной кислоты из двуокиси серы и растворения серной кислоты в воде на 1 % серы, перешедшей при сжигании продукта в серную кислоту, кДж/кг;

S^a — массовая доля серы в продукте, определенная по п. 4.5, %;

$\bar{V}$ — средний объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора щелочи, израсходованного на титрование смыва бомбы при определении эффективной теплоемкости калориметра, см^3.

Поправки ΔQ_s, необходимые для получения из результатов калориметрического опыта высшей теплоты сгорания топлив в стандартных условиях, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Вид топлива	ΔQ_s, кДж/кг
Котельные топлива (мазуты)	50
Дизельные топлива	59
Реактивные и газотурбинные топлива	67
Бензины	75

5.4.3. Низшую теплоту сгорания (Q_i^a) в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$Q_i^a = Q_s^a - 24{,}42(8{,}94\ H^a + W^a), \qquad (12)$$

где 24,42 — теплота парообразования при температуре измерения 25 °С из расчета на 1 % выделившейся воды, кДж/кг;

8,94 — коэффициент пересчета массовой доли водорода на воду;

H^a — массовая доля водорода в испытуемом продукте по ГОСТ 2408.1 или п. 5.4.4 (допускается определять методом элементного анализа);

W^a — массовая доля воды в испытуемом продукте по ГОСТ 2477, %.

Результаты округляют до ближайшего значения, кратного 20 кДж/кг.

5.4.4. Массовую долю водорода в испытуемом продукте (Н) в процентах вычисляют по эмпирическим формулам:

$H^d = (0{,}001195\ Q_s^d - 41{,}4)$ — для бензинов, реактивных, газотурбинных и дизельных топлив; (13)

$H^d = (0{,}001121\ Q_i^d - 37{,}6)$ — для котельных топлив. (14)

5.4.5. При вычислении объемной (высшей или низшей) теплоты сгорания топлива следует соответствующие значения Q_s^a или Q_i^a умножить на плотность топлива при 25 °С, определенную по ГОСТ 3900.

Пример расчета теплоты сгорания нефтепродуктов приведен в приложении.

5.4.6. Пересчет результатов определения теплоты сгорания на другие состояния топлива — по ГОСТ 27313.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1. Сходимость

Два результата измерения, полученные последовательно одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 130 кДж/кг.

6.2. Воспроизводимость

Два результата измерения, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 445 кДж/кг.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПРИМЕРЫ ЗАПИСИ ПРОТОКОЛОВ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ И ВЫЧИСЛЕНИЙ

Пример 1. Испытание образца дизельного топлива на калориметре типа В-08МА с изотермической оболочкой, эффективная теплоемкость которого определена с погрешностью 0,1 %.

1. Регистрация температуры калориметра регистратором по цифровому вольтметру в вольтах (табл. 3).

Таблица 3

Показания по шкале регистратора							
Начальный период		Главный период				Конечный период	
Номер измерения n_0	Показания регистратора, В	Номер измерения n	Показания регистратора, В	Номер измерения n_0	Показания регистратора, В	Номер измерения n_n	Показания регистратора, В
0	0,7691 (t')	1	2,0831	14	2,4633	1	2,4669
1	0,7761	2	2,1057	15	2,4638	2	2,4674
2	0,7831	3	2,3540	16	2,4643	3	2,4680
3	0,7901	4	2,4147 (t_a)	17	2,4647	4	2,4687
4	0,7961	5	2,4369	18	2,4651	5	2,4694
5	0,8011	6	2,4482	19	2,4654	6	2,4701
6	0,8041	7	2,4552	20	2,4658	7	2,4709
7	0,8061	8	2,4591	21	2,4662	8	2,4717
8	0,8081	9	2,4601	22	2,4662	9	2,4725
9	0,8092	10	2,4611	23	2,4663	10	2,4733 (t'')
10	0,8100 (t_0)	11	2,4617	24	2,4664		
		12	2,4623	25	2,4664 (t_a)		
		13	2,4628				

2. Исходные данные

Температура комнаты 21,0 °С.
Температура оболочки (27,45 ± 0,05) °С.
Масса сосуда с водой (4,800 ± 0,002) кг.

C_j — 14,917 кДж/°С; t_0 — 0,8100 В;
m — $0{,}5167 \cdot 10^{-3}$ кг; t_n — 2,4664 В;
m_2 — $0{,}0203 \cdot 10^{-3}$ кг; V — 5 см^3;
m_4 — $0{,}0246 \cdot 10^{-3}$ кг; S — 0,05 %;
q_2 — 3140 кДж/кг; W^a — 0,2 %;
q_4 — 22930 кДж/кг; z — 1,000.

3. Расчет теплоты сгорания топлива

Средние скорости изменения температуры (температурный ход) в начальном и конечном периодах

$$v_1 = \frac{0{,}7691 - 0{,}8100}{10} = -0{,}00409;$$

$$v_2 = \frac{2{,}4664 - 2{,}4733}{10} = -0{,}00069.$$

Поправка на теплообмен

$$a = \frac{2{,}4147 - 0{,}8100}{2{,}4664 - 0{,}8100} = 0{,}97,\ n_1 = 3,\ n_2 = 25 - 3 = 22;$$

$$\Delta h = \frac{-0{,}00409 - 0{,}00069}{2} \cdot 3 + (-0{,}00069) \cdot 22 = -0{,}02235.$$

Исправленный подъем температуры

$$\Delta t = [2{,}4664 - 0{,}8100 + (-0{,}02235)] \cdot 1{,}000 = 1{,}6341.$$

Теплота сгорания по бомбе, кДж/кг

$$Q_b^a = \frac{14{,}917 \cdot 1{,}6341 - 22930 \cdot 0{,}02456 \cdot 10^{-3} - 3140 \cdot 0{,}0203 \cdot 10^{-3}}{0{,}5167 \cdot 10^{-3}} = \frac{23{,}7514}{0{,}5167 \cdot 10^{-3}} = 45967.$$

Результат второго измерения $Q_b^a = 46008$ кДж/кг.
Среднеарифметическое двух измерений, кДж/кг

$$\bar{Q}_b^a = \frac{45967 + 46008}{2} = 45988.$$

Теплота сгорания высшая, кДж/кг

$$\bar{Q}_s^a = 45988(94 \cdot 0{,}05 + 6 \cdot 10^{-3} \cdot 5) + 67 = 46050;$$

$$Q_s^d = 46050 \cdot \frac{100}{100 - 0{,}2} = 46142.$$

Содержание водорода в топливе, %

$$H^d = (0{,}001195 \cdot 46142) - 41{,}4 = 13{,}74;$$

$$H^a = 13{,}74 \cdot \frac{100 - 0{,}2}{100} = 13{,}71.$$

Теплота сгорания низшая, кДж/кг

$$Q_i^a = 46050 - 24{,}42\ (8{,}94 \cdot 13{,}71 + 0{,}2) = 43052;$$

$$Q_i^d = \frac{100\ (43052 + 24{,}42 \cdot 0{,}2)}{100 - 0{,}2} = 43143.$$

Пример 2. Испытание образца дизельного топлива на калориметре типа В-08МА с изотермической оболочкой, эффективная теплоемкость которого определена с погрешностью менее 0,1 % (до сотых долей процента).

1. Регистрация температуры калориметра регистратором по цифровому вольтметру в вольтах (табл. 4).

Таблица 4

Показания по шкале регистратора					
Начальный период		Главный период		Конечный период	
Номер измерения n_0	Показание регистратора, В	Номер измерения n	Показание регистратора, В	Номер измерения n_a	Показание регистратора, В
1	2	3	4	5	6
1	0,7691 (t')	1	2,0820	1	2,4685
2	0,7761	2	2,1074	2	2,4689
3	0,7831	3	2,3557	3	2,4693
4	0,7901	4	2,4164 (t_a)	4	2,4698
5	0,7961	5	2,4386	5	2,4703
6	0,8011	6	2,4499	6	2,4708
7	0,8041	7	2,4568	7	2,4713
8	0,8061	8	2,4608	8	2,4718
9	0,8081	9	2,4584	9	2,4723
10	0,8092	10	2,4630	10	2,4729
11	0,8100	11	2,4640	11	2,4734
12	0,8103	12	2,4645	12	2,4739
13	0,8106	13	2,4648	13	2,4744
14	0,8109	14	2,4650	14	2,4749
15	0,8111	15	2,4652	15	2,4754
16	0,8113	16	2,4655	16	2,4759
17	0,8114	17	2,4656	17	2,4764
18	0,8115	18	2,4658	18	2,4769
19	0,8117	19	2,4661	19	2,4774
20	0,8117 (t_0)	20	2,4663	20	2,4779 (t'')
		21	2,4667		
		22	2,4669		
		23	2,4674		
		24	2,4678		
		25	2,4681 (t_n)		

2. Исходные данные

Температура комнаты 21,0 °С.
Температура оболочки (27,45 ± 0,05) °С.
Масса сосуда с водой (4,800 ± 0,002) кг.

C_j = 14,917 кДж/°С; t_0 = 0,8117 В;
$m = 0{,}5160 \cdot 10^{-3}$ кг; t_n = 2,4681 В;
$m_2 = 0{,}0200 \cdot 10^{-3}$ кг; ν = 5 см^3;
$m_4 = 0{,}0246 \cdot 10^{-3}$ кг; S^a = 0,05 %;
q_2 = 3140 кДж/кг; W^a = 0,2 %;
q_4 = 22930 кДж/кг; $\rho_s = 0{,}790 \cdot 10^{-3}$ кг/м^3;
z = 1,000;
$\rho_w = 8{,}8 \cdot 10^{-3}$ кг/м^3;
ρ_a = 1,2 кг/м^3.

3. Расчет теплоты сгорания топлива

Масса в вакууме испытуемого образца топлива, кг:

$$m_0 = 0{,}5160 \cdot 10^{-3} + 0{,}5160 \cdot 10^{-3} \left(\frac{1{,}2}{0{,}790 \cdot 10^3} - \frac{1{,}2}{8{,}8 \cdot 10^3} \right) = 0{,}5167 \cdot 10^{-3}.$$

Средние скорости изменения температуры в начальном и конечном периодах:

$$v_1 = \frac{0{,}7691 - 0{,}8117}{20} = -0{,}00213;$$

$$v_2 = \frac{2,4681 - 2,4779}{20} = -0,00049.$$

Средние температуры в начальном и конечном периодах:

$$\Theta_0 = \frac{0,7691 + 0,8117}{2} = 0,7904;$$

$$\Theta_n = \frac{2,4681 + 2 \cdot 2,4779}{2} = 2,4730.$$

Константа охлаждения калориметра:

$$K = \frac{-0,00049 - (-0,00213)}{2,4730 - 0,7904} = 0,00097.$$

Поправка на теплообмен:

$$\sum_{1}^{n-1} t_i = 60,6787;$$

$$\Delta h = 0,00097\left[\left(\frac{0,8117 + 2,4681}{2}\right) + 60,6787 - 25 \cdot 2,4730\right] + 25(-0,00049) = -0,01177.$$

Исправленный подъем температуры в опыте:

$$\Delta t = [2,4681 - 0,8117 + (-0,01177)] \cdot 1,000 = 1,6446.$$

Теплота сгорания по бомбе, кДж/кг:

$$Q_в^a = \frac{14,917 \cdot 1,6446 - 22930 \cdot 0,0246 \cdot 10^{-3} - 3140 \cdot 0,0200 \cdot 10^{-3}}{0,5167 \cdot 10^{-3}} = \frac{23,9057}{0,5167 \cdot 10^{-3}} = 46266.$$

Результат второго измерения $Q_в^a = 46204$ кДж/кг.
Среднеарифметическое двух измерений, кДж/кг

$$Q_в^a = \frac{46266 + 46204}{2} = 46235.$$

Теплота сгорания высшая, кДж/кг:

$$Q_s^a = 46235 - (94 \cdot 0,05 + 6 \cdot 10^{-3} \cdot 5) + 67 = 46297;$$

$$Q_s^d = 46297 \cdot \frac{100}{100 - 0,2} = 46390.$$

Содержание водорода в топливе, %:

$$H^d = (0,001195 \cdot 46390) - 41,4 = 14,04;$$

$$H^a = 14,04 \cdot \frac{100 - 0,2}{100} = 14,01$$

Теплота сгорания низшая, кДж/кг:

$$Q_i^a = 46297 - 24,42 \cdot (8,94 \cdot 14,01 + 0,2) = 43234;$$

$$Q_i^d = \frac{100(43234 + 24,42 \cdot 0,2)}{100 - 0,2} = 43326.$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством энергетики и электрификации СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам СССР от 27.06.91 № 1090

3. ВЗАМЕН ГОСТ 21261—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 1437—75	4.5
ГОСТ 2179—75	2
ГОСТ 2408.1—95	5.4.3
ГОСТ 2477—65	5.4.3
ГОСТ 2517—85	1.1
ГОСТ 2768—84	2
ГОСТ 3877—88	4.5
ГОСТ 3900—85	5.2.1, 5.4.5
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 5307—77	2
ГОСТ 5583—78	2
ГОСТ 6309—93	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 9285—78	2
ГОСТ 10374—93	2
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 12162—77	2
ГОСТ 13646—68	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 19121—73	4.5
ГОСТ 23706—93	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 24234—80	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 27313—95	5.4.6
ГОСТ 28498—90	2

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru