МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33299— 2015

ТОПЛИВА УГЛЕВОДОРОДНЫЕ ЖИДКИЕ

Определение теплоты сгорания в калориметрической бомбе (точный метод)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2015 г. № 1249-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33299—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4809—13 «Стандартный метод определения теплоты сгорания жидких углеводородных топлив в калориметрической бомбе (точный метод)» [«Standard test method for heat of combustion of liquid hydrocarbon fuels by bomb calorimeter (precision method)», IDT].

Стандарт разработан подкомитетом D02.05 «Свойства топлив, нефтяного кокса и углеродных материалов» технического комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов ASTM соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Назначение и применение 3
6 Аппаратура 4
7 Реактивы и материалы 4
8 Подготовка аппаратуры 5
9 Калибровка 5
10 Проведение испытаний 6
11 Вычисления 9
12 Протокол испытаний 10
13 Прецизионность и смещение 11
Приложения А (обязательные)
А1 Аппаратура для определения теплоты сгорания 12
А2 Поправки 13
А3 Правила безопасности 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам 15

Поправка к ГОСТ 33299—2015 Топлива углеводородные жидкие. Определение теплоты сгорания в калориметрической бомбе (точный метод)

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ТОПЛИВА УГЛЕВОДОРОДНЫЕ ЖИДКИЕ

Определение теплоты сгорания в калориметрической бомбе (точный метод)

Liquid hydrocarbon fuels. Determination of the heat of combustion by bomb calorimeter (precision method)

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения теплоты сгорания жидких углеводородных топлив. Стандарт разработан специально для авиационных турбинных топлив, когда между результатами последовательных определений допустима разность не более 0,2 %. Стандарт можно использовать для широкого диапазона летучих и нелетучих веществ, для которых допускаются большие значения разности прецизионности метода.

1.2 Для достижения установленной прецизионности следует тщательно соблюдать все процедуры настоящего метода, поскольку погрешность каждого отдельного измерения, влияющего на прецизионность, не должна превышать 0,04 %.

1.3 При нормальных условиях настоящий метод можно применять для таких топлив, как бензины, керосины, а также котельные, дизельные и газотурбинные топлива.

1.4 Благодаря совершенствованию регуляторов калориметра и средств измерений температуры прецизионность настоящего метода выше, чем метода по ASTM D 240.

1.5 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. В настоящем стандарте не используют другие единицы измерения.

1.6 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 129, Test method for sulfur in petroleum products (general high pressure decomposition device method) [Метод определения серы в нефтепродуктах (общий метод испытания разложением в устройстве при высоком давлении)]

ASTM D 240, Test method for heat of combustion of liquid hydrocarbon fuels by bomb calorimeter (Метод определения теплоты сгорания жидких углеводородных топлив в калориметрической бомбе)

ASTM D 1018, Test method for hydrogen in petroleum fractions (Метод определения содержания водорода в нефтяных фракциях)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.asgost.e-ecolog.ruе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

ASTM D 1193, Specification for reagent water (Спецификация на реактив воду)

ASTM D 1266, Test method for sulfur in petroleum products (lamp method) [Метод определения серы в нефтепродуктах (ламповый метод)]

ASTM D 2622, Test method for sulfur in petroleum products by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry (Метод определение серы в нефтепродуктах длинноволновой дисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрией)

ASTM D 3120, Test method for trace quantities of sulfur in light liquid petroleum hydrocarbons by oxidative microcoulometry (Метод определения следовых количеств серы в легких жидких нефтяных углеводородах окислительной микрокулонометрией)

ASTM D 3701, Test method for hydrogen content of aviation turbine fuels by low resolution nuclear magnetic resonance spectrometry (Метод определения содержания водорода в авиационных турбинных топливах спектрометрией ядерного магнитного резонанса низкого разрешения)

ASTM D 4294, Test method for sulfur in petroleum and petroleum products by energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry (Метод определения содержания серы в нефти и нефтепродуктах энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрией)

ASTM D 5453, Test method for determination of total sulfur in light hydrocarbons, spark ignition engine fuel, diesel engine fuel, and engine oil by ultraviolet fluorescence (Метод определения общего содержания серы в легких углеводородах, топливах для двигателей с искровым зажиганием, дизельном топливе и моторных маслах ультрафиолетовой флуоресценцией)

ASTM D 7171, Test method for hydrogen content of middle distillate petroleum products by low-resolution pulsed nuclear magnetic resonance spectroscopy (Метод определения содержания водорода в среднедистиллятных нефтепродуктах спектроскопией ядерного магнитного резонанса низкого разрешения).

ASTM E 1, Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers (Спецификация на стеклянные жидкостные термометры ASTM)

ASTM E 144, Practice for safe use of oxygen combustion bombs (Практика безопасного применения бомб для сжигания в атмосфере кислорода)

ASTM E 200, Practice for preparation, standardization and storage of standard and reagent solutions for chemical analysis (Практика приготовления, стандартизации и хранения стандартных растворов и растворов реактивов для химических анализов)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения

3.1.1 **высшая теплота сгорания**, **МДж/кг** (gross heat of combustion, MJ/kg): Высшая теплота сгорания при постоянном объеме жидкого или твердого топлива, содержащего только элементы углерода, водорода, кислорода, азота и серы — это количество теплоты, выделившейся при сжигании единицы массы топлива в атмосфере кислорода в бомбе с постоянным объемом, причем продуктами сгорания являются газообразные двуокись углерода, азот, двуокись серы и вода в жидком состоянии. При этом начальная температура топлива и кислорода и конечная температура продуктов равна 25 °С. Высшую теплоту сгорания (см. примечание 1) обозначают символом Q_g [1)].

Примечание 1 — Пользователям настоящего метода при вычислении $\Delta H°$ для чистого соединения следует учитывать поправки к Q_g на выталкивающую силу воздуха, теплоемкость компонентов реакции, приведение к процессу при постоянном давлении и отклонение реакции от термодинамического стандартного состояния. При сравнении результатов измерений чистых соединений с данными, приведенными в сборниках[1)], пользователь настоящего стандарта должен учитывать, что разные примеси, в т. ч. вода и посторонние углеводороды, могут значительно влиять на результаты, полученные для конкретных образцов материала.

[1)] Prosen E.J. «Экспериментальная термохимия» под редакцией F. D. Rossini, interscience publishers, 1956, p. 129—148. Надежные значения теплоты сгорания чистых соединений, представленных Циркуляром Национального бюро стандартов США С-461, «Выбранные значения параметров углеводородов» (государственная типография США, Washington, DC, 1947) и в F.D. Rossini и др. «Выбранные значения физических и термодинамических свойств углеводородов и родственных соединений», Carnegie Press, Pittsburgh, PA, 1953. Сборники были подготовлены F.D. Rossini и др. как часть проекта 44 American Petroleum Institute Research.

3.1.2 **низшая теплота сгорания, Мдж/кг** (net heat of combustion, MJ/kg): Низшая теплота сгорания при постоянном давлении жидкости или твердого топлива, содержащего только элементы углерода, водорода, кислорода, азота и серы, — это количество теплоты, выделившейся при сжигании единицы массы топлива в атмосфере кислорода при постоянном давлении 0,101 МПа, при этом продуктами сгорания являются двуокись углерода, азот, двуокись серы и вода, все в газообразном состоянии, с начальной температурой топлива и кислорода и конечной температурой продуктов сгорания 25 °С. Низшую теплоту сгорания[1),2)] обозначают символом Q_n. Низшая и высшая теплота сгорания связаны соотношением

$$Q_n \text{ (низшая, 25 °C)} = Q_g \text{ (высшая, 25 °C)} - 0{,}2122 \cdot H, \quad (1)$$

где Q_n (низшая, 25 °C) — низшая теплота сгорания при постоянном давлении, МДж/кг;
Q_g (высшая, 25 °C) — высшая теплота сгорания при постоянном объеме, МДж/кг;
H — содержание водорода в образце, % масс.

3.1.3 **энергетический эквивалент (эффективная теплоемкость или водный эквивалент)** [energy equivalent (effective heat capacity or water equivalent)]: Энергетический эквивалент калориметра в джоулях на градус Цельсия (Дж/°С).

Примечание 2 — Энергетический эквивалент можно выражать в любых энергетических и температурных единицах измерения, если их используют для всех вычислений.

3.2 Единицы измерений

3.2.1 Температуру измеряют в градусах Цельсия.

3.2.2 Время выражают в минутах и десятых долях минуты. Можно измерять время в минутах и/или секундах.

3.2.3 Массу измеряют в граммах. Никаких поправок на взвешивание не применяют за исключением определения массы бензойной кислоты.

3.2.4 Энергию в настоящем стандарте измеряют в джоулях, теплоту сгорания — в мегаджоулях на килограмм (см. примечание 3).

$$1 \text{ МДж/кг} = 1000 \text{ Дж/г}. \quad (2)$$

Примечание 3 — В системе СИ размерность единицы теплоты сгорания — Дж/кг, но для практического применения теплоты сгорания нефтяных топлив более удобна кратная единица — МДж/кг.

3.2.5 Для пересчета в другие единицы можно использовать следующие соотношения:
1 кал (международная калория) = 4,1868 Дж[3)];
1 Btu (Британская тепловая единица) = 1055,06 Дж;
1 кал (международная калория)/г = 0,0041868 МДж/кг[3)];
1 БТЕ/фунт (Btu/lb) = 0,002326 МДж/кг[1)];
1 атм = 0,101325 МПа.

4 Сущность метода

Теплоту сгорания определяют сжиганием взвешенного образца в калориметрической бомбе в атмосфере кислорода при контролируемых условиях. Повышение температуры измеряют прибором с индикацией температуры, обеспечивающим прецизионность настоящего метода. Теплоту сгорания вычисляют по температуре, измеренной до, во время и после сжигания, с учетом термохимических поправок и поправок на теплообмен. Можно использовать изотермические или адиабатические калориметры.

5 Назначение и применение

5.1 Теплота сгорания является мерой энергии, получаемой из топлива, и позволяет оценить тепловую эффективность оборудования для выработки энергии или тепла.

[1)] Данные (вывод уравнений) могут быть получены путем запроса в ASTM International исследовательского отчета RR:D02-1346.

[2)] Jessup R.S. «Точные измерения теплоты сгорания калориметрической бомбой», NBS Monograph 7, U.S. Government Printing Office.

[3)] Точный коэффициент пересчета.

5.2 По этой процедуре можно вычислить массовую теплоту сгорания, т. е. теплоту сгорании единицы массы топлива. Ее значение особенно важно для транспортных средств с ограничением по весу, таких как самолеты, суда на воздушной подушке, суда на подводных крыльях, поскольку расстояние, которое транспортное средство может преодолеть при данной массе топлива, напрямую зависит от массовой теплоты сгорания топлива и его плотности.

5.3 Объемную теплоту сгорания, т. е. теплоту сгорания на единицу объема топлива, можно вычислить умножением теплоты сгорания массы на плотность топлива (масса на единицу объема). Объемная теплота сгорания в отличие от массовой теплоты сгорания важна для транспортных средств с ограничением по объему, таких как автомобили и корабли, поскольку она связана с расстоянием, пройденным между повторными заправками топлива.

6 Аппаратура

6.1 Требования к помещению для испытания, бомбе, калориметру, рубашке, термометрам, вспомогательному оборудованию приведены в приложении А.1.

6.2 Полумикроаналитические весы чувствительностью 0,01 мг (см. 10.5.1).

6.3 Аналитические весы для больших нагрузок чувствительностью 0,05 г (см. 10.7.2).

7 Реактивы и материалы

7.1 Чистота реактивов

Следует использовать реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, все реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества[1)]. Можно использовать реактивы другой квалификации, если установлено, что чистота реактива не снижает точности определения метода.

7.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют реактив воду не ниже типа IV по ASTM D 1193.

7.3 Бензойная кислота[2)]

Перед применением бензойную кислоту следует спрессовать в гранулы.

7.4 Проволока зажигания

Платиновая проволока диаметром 0,127 мм (сортамент № 36), стальная проволока № 34 по проволочному сортаменту Брауна-Шарпа или проволока высокого сопротивления из хромеля «С», длиной 100 мм.

7.5 Индикатор метиловый красный.

7.6 Кислород

Технический кислород, полученный из жидкого воздуха, можно использовать без очистки. [**Предупреждение** — Кислород ускоряет сжигание (см. А.3.1, приложение А.3)]. Кислород, полученный электролизом воды, нельзя использовать без очистки, поскольку он может содержать некоторое количество водорода. Горючие примеси можно удалить пропусканием кислорода над оксидом меди при температуре 500 °С.

7.7 Самоклеящаяся лента

Целлофановая лента шириной 38 мм, не содержащая хлора и серы[3)].

[1)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, — см. Analar Snandards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

[2)] Стандартный образец 39i можно получить в National Institute of Standards and Technology, Clopper and Quince Orchard Roads, Gaithersburg, MD 20899.

[3)] Приведенным требованиям соответствует целлофановая лента Scotch Brand No. 610, которую можно получить в 3M Co.

7.8 Стандартные растворы щелочи

7.8.1 Раствор гидроксида натрия 0,0866 н.: растворяют в воде 3,5 г гидроксида натрия (NaOH) и доводят полученный раствор до объема 1 дм^3. [**Предупреждение** — Едкое вещество. Может быть причиной сильных ожогов и слепоты. При слишком быстром смешивании с водой происходит бурная реакция с выделением тепла (см. А.3.2, приложение А.3)]. Стандартизацию 0,0866 н. раствора NaOH проводят по кислому фталату натрия в соответствии с ASTM E 200 или альтернативным способом.

7.8.2 Раствор карбоната натрия 0,0725 н.: растворяют 3,84 г Na_2CO_3 в воде и доводят полученный раствор до объема 1 дм^3.

7.9 Стандартный образец 2,2,4-триметилпентана (изооктана)[1)]. [**Предупреждение** — Чрезвычайно воспламеняем, вреден при вдыхании. Пары могут воспламеняться (см. А.3.3, приложение А.3)].

8 Подготовка аппаратуры

8.1 Установка аппаратуры

Устанавливают термометры в соответствии с рекомендациями изготовителя калориметра. Устанавливают стеклянный жидкостный термометр так, чтобы его шарик располагался в центре сосуда, и располагают чувствительный элемент термистора приблизительно в середине резервуара шарика термометра. Каждый раз при использовании калориметра следует обеспечить одну и ту же глубину погружения этих элементов. Устанавливают термистор в водяную рубашку, погружая чувствительный элемент на ту же самую глубину. Для оперативного наблюдения за температурой полезно, но не обязательно, иметь стеклянные жидкостные термометры как в сосуде, так и в рубашке. Термисторы можно прикрепить к этим термометрам с помощью ленты. Прикрепляют термисторы к термометрам таким образом, чтобы чувствительные элементы находились в середине резервуара шарика термометра. Резервуары шарика термометра и чувствительные элементы не должны касаться бомбы, сосуда или водяной рубашки.

8.2 Система управления рубашки калориметра и вспомогательное оборудование

Регулируют систему управления рубашки, клапаны, обогреватель и т. д. согласно рекомендациям изготовителя калориметра.

9 Калибровка

9.1 Энергетический эквивалент калориметра

В качестве первичного стандарта используют бензойную кислоту [**Предупреждение** — Кислород сильно ускоряет сгорание (см. А.3.1)]. Массу образца выбирают таким образом, чтобы повышение температуры было приблизительно эквивалентно изменению энергии, равному 30 000 Дж. Сначала определяют энергетический эквивалент как среднеарифметическое значение шести определений с использованием бензойной кислоты в течение не менее трех дней.

9.1.1 Относительное стандартное отклонение RSD для шести определений должно быть равно или менее 0,1 %. В противном случае продолжают определение до тех пор, пока для шести определений не будет получено значение RSD, равное или менее 0,1 %. Если такая прецизионность не достигнута, проверяют процедуру, критичность измерений, механические процедуры — все, что может повлиять на разброс результатов. После установления значения энергетического эквивалента проверяют калибровку с использованием бензойной кислоты ежедневно или через один день испытаний, сравнивая со среднеарифметическим значением последних шести определений, использованных для получения энергетического эквивалента, пока последние шесть определений будут иметь относительное стандартное отклонение, равное или менее 0,1%.

9.1.2 После замены любой детали оборудования или при изменении процедуры калибровку выполняют повторно. Определение проводят в соответствии с разделом 10. Определяют поправку для азотной кислоты (HNO_3) в соответствии с 11.3 по формуле

$$W = (Q_b m + e_1)/\Delta t, \quad (3)$$

где W — энергетический эквивалент калориметра, Дж/°С;

[1)] Стандартный образец № 217b можно получить в National Institute of Standards and Technology, Clopper and Quince Roads, Gaithersburg, MD 20899.

Q_b — теплота сгорания бензойной кислоты, Дж/г, вычисленная по сертифицированному значению для стандартного образца 39i, кДж/г. Значения в Дж/г получают умножением значений в кДж/г на 1000;

m — масса бензойной кислоты, г;

e_1 — поправка на теплоту образования азотной кислоты, Дж;

Δt — скорректированное значение повышения температуры, °С, вычисленное по 11.1 и 11.2.

Примечание 4 — Для проверки энергетического эквивалента системы, использующей низкокипящие топлива, можно использовать 2,2,4-триметилпентан.

Примечание 5 — Теплоту, выделяющуюся при сгорании стандартного образца, умножают на следующий коэффициент [см. монографию[1)], с. 12]:

$$1 + 10^{-6}\,[197(P - 3{,}04) + 42(m/V - 3) + 30(M_w/V - 3) - 45(t - 25)], \quad (4)$$

где P — исходное абсолютное давление кислорода, МПа, при температуре t;

m — масса бензойной кислоты, г;

V — внутренний объем бомбы, дм^3;

M_w — масса воды в бомбе до сжигания, г;

t — температура, зафиксированная в конце реакции сгорания, °С (конечная температура калориметра).

9.2 Теплота сгорания самоклеящейся ленты

Определяют теплоту сгорания приблизительно 1,2 г самоклеящейся ленты по разделу 10, не вводя образец. Проводят не менее трех определений и вычисляют теплоту сгорания Q_{pst}, Дж/г, по формуле

$$Q_{pst} = (\Delta tW - e_1) / a, \quad (5)$$

где Δt — скорректированное повышение температуры, °С, вычисленное по 11.1 или 11.2;

W — энергетический эквивалент калориметра, Дж/°С;

e_1 — поправка на теплоту образования азотной кислоты (HNO_3), Дж;

a — масса самоклеящейся ленты, г.

9.2.1 Вычисляют среднеарифметическое значение определений. Повторно определяют теплоту сгорания ленты, когда начинают новую катушку.

10 Проведение испытаний

10.1 Включают аппарат. Выполняют все электрические соединения и открывают линию подачи воды.

10.2 Перед проведением испытания следует убедиться, что бомба и все ее детали сухие.

10.3 Отмеряют 100 мм запальной проволоки и присоединяют ее к электродам бомбы, образуя U-образную петлю.

10.4 Вводят в бомбу пипеткой 1,0 см^3 воды и накрывают часовым стеклом.

10.5 Масса образца

10.5.1 Взвешивают тигель для образца на полумикроаналитических весах с точностью до 0,01 мг. Размещают кусок самоклеящейся ленты (см. примечание 6) поверх чашки, плотно прижимают и обрезают ее по краю лезвием бритвы. Размещают сложенную пополам полоску ленты размером 3 × 12 мм в центре диска и приклеивают, оставляя ее часть неприклеенной. Взвешивают тигель с лентой. Снимают тигель с весов щипцами (пинцетом). Заполняют образцом шприц для подкожных инъекций. Объем образца V, см^3, необходимый для получения повышения температуры, эквивалентной изменению энергии, равной 30 000 Дж, вычисляют по формуле

$$V = (0{,}0032W) / (QD), \quad (6)$$

где W — энергетический эквивалент калориметра, Дж/°С;

Q — приблизительная теплота сгорания образца, МДж/кг;

D — плотность образца, г/см^3.

[1)] Jessup R.S. «Точные измерения теплоты сгорания калориметрической бомбой», NBS Monograph 7, U.S. Government Printing Office.

Примечание 6 — Для образцов с относительно высокой температурой кипения, например нелетучих реактивных топлив типа керосина (с температурой начала кипения свыше 180 °С), самоклеящуюся ленту можно не использовать.

10.5.2 Вводят образец в тигель, прокалывая иглой диск ленты в таком месте, чтобы неприклеенный конец ленты мог закрыть прокол, и слегка прижимают ленту металлическим шпателем. Снова взвешивают тигель с лентой и образцом. Соблюдают осторожность при взвешивании и заполнении и не касаются тигля и ленты пальцами. Помещают тигель в изогнутый электрод и размещают запальную проволоку таким образом, чтобы центральная часть петли касалась центра диска ленты.

10.6 Сборка бомбы

Собирают бомбу и надежно затягивают крышку. Соединяют бомбу с кислородным баллоном и медленно вводят кислород до достижения давления 3,0 МПа (30 атм). Не следует продувать бомбу для удаления захваченного воздуха. Отсоединяют бомбу от кислородного баллона, возвращают на место крышку клапана (**Предупреждение** — Может произойти сильный взрыв). Следует соблюдать осторожность и не перегружать бомбу. Если давление кислорода, введенного в бомбу, случайно превысит 4,0 МПа, не приступают к процедуре сжигания, т. к. может произойти сильный взрыв с разрушением бомбы. Разъединяют соединения и выпускают газ в обычном порядке. Образец утилизируют.

Примечание 7 — Можно использовать давление в диапазоне от 2,5 до 3,55 МПа при условии, что все испытания, включая стандартизацию, выполняют при одном и том же давлении.

10.7 Вода калориметра

10.7.1 Устанавливают температуру воды в калориметре. Выбор температуры воды, устанавливаемой перед взвешиванием, зависит от ряда факторов, включая температуру окружающей среды, требуемую начальную температуру испытания и относительные теплоемкости калориметра, воды и бомбы. Не существует установленного правила выбора температуры, но оператор может выбрать соответствующую температуру опытным путем с учетом условий конкретной лаборатории и аппаратуры. В качестве руководства для выбора температуры можно использовать:

- для изотермического метода — от 3,0 °С до 3,5 °С ниже температуры рубашки;
- для адиабатического метода — от 1,5 °С до 1,8 °С ниже температуры окружающей среды.

10.7.1.1 Изопериболический метод

Устанавливают температуру таким образом, чтобы после сборки калориметрической бомбы и сосуда температура была на несколько десятых долей градуса ниже требуемой начальной температуры.

10.7.1.2 Адиабатический метод

Устанавливают температуру таким образом, чтобы начальная температура определения по возможности соответствовала фиксированным значениям. Контролируют среднюю температуру всех определений с точностью не менее ± 0,5 °С и повышение температуры для всех определений с точностью до ± 0,3 °С.

10.7.2 Сосуд калориметра взвешивают с точностью до ± 0,05 г на аналитических весах для нагруженного режима. После первоначального определения массы сухого сосуда ее следует проверять периодически. Заполняют сосуд от 2000 до 2100 г воды и снова взвешивают с точностью до 0,05 г (см. примечание 6). Точное количество воды неважно, если ее достаточно, чтобы полностью покрыть бомбу и ее детали, но для каждого определения оно должно быть одинаковым.

Примечание 8 — Изменение массы воды в сосуде калориметра из-за испарения после взвешиваний влияет на энергетический эквивалент. Влияние этой потери незначительно, и им можно пренебречь, если процедуру размещения бомбы в сосуде, завершения монтажа системы выполняют одним и тем же способом и за одно и то же время, как для калибровочных испытаний при измерении теплоты сгорания.

10.7.3 Сразу после взвешивания помещают сосуд в рубашку калориметра, осторожно устанавливают бомбу в сосуд и соединяют цепь зажигания. Закрывают калориметр крышкой и опускают термометры и термисторы.

Примечание 9 — Бомбу следует опускать в калориметр, не касаясь пальцами воды. Для этого используют крючок, на который подвешивают бомбу, который после установки бомбы в сосуде калориметра можно удалить. Можно использовать крючок, изготовленный из куска латунного стержня диаметром примерно 1,6 мм. Крючки на концах стержня вставляют в отверстия на противоположных сторонах завинчивающейся крышки бомбы и удаляют после установки бомбы на место. При измерении энергетического эквивалента и теплоты сгорания очень важно выполнять все процедуры идентичным способом.

10.8 Процедура изопериболического метода

10.8.1 Включают электродвигатель мешалки и контроллер на обогрев рубашки, чтобы довести температуру воды в рубашке до 28 °С. Снимают показания времени и температуры в течение 25 мин, включающих три периода.

10.8.1.1 Начальный период — примерно от 6 до 9 мин, в течение которого изменение температуры происходит исключительно из-за тепловых потерь и теплоты перемешивания.

10.8.1.2 Средний период — примерно 12 мин, в его начале образец в бомбе воспламеняется, в течение этого периода изменение температуры происходит главным образом за счет тепла, выделяющегося при реакции сжигания в бомбе и частично из-за тепловых потерь и теплоты перемешивания.

10.8.1.3 Заключительный период — от 9 до 11 мин, в течение которого изменение температуры происходит только из-за тепловых потерь и теплоты перемешивания.

10.8.2 Выдерживают время, требуемое для достижения начальной температуры воды в калориметре, затем снимают и регистрируют показания времени и температуры начального периода. В течение начального периода, когда скорость повышения температуры постоянна, контролируют температуру с интервалом 1 мин. Начальная температура имеет всегда одно и то же значение, определенное по результатам калибровочных испытаний.

10.8.3 После достижения температуры зажигания поджигают образец, замыкая цепь зажигания с помощью плавкой проволоки в бомбе нажатием кнопки на блоке зажигания. Сразу должна загореться сигнальная лампа, и температура должна начать повышаться примерно через 15 с. Если цепь не замкнута или остается замкнутой, или температура не начинает повышаться, испытание прекращают. После сгорания образца и в течение среднего периода, когда температура быстро повышается, температуру измеряют с интервалами 30 с. Примерно через 3 мин скорость повышения температуры будет падать, и показания температуры можно снимать с бóльшей точностью. Показания продолжают снимать до установления постоянной скорости изменения температуры в течение не менее 10 мин. Показания, которые регистрируют после установления постоянной скорости изменения температуры, составляют заключительный период.

Примечание 10 — В течение начального и заключительного периодов показания термометра следует снимать с максимальной точностью, т. к. общая прецизионность определения зависит от точности измерений температуры. В течение среднего периода из-за очень высокой скорости повышения температуры невозможно снимать показания с такой же точностью, как в течение начального и заключительного периодов. Показания среднего периода используют только для вычисления незначительной поправки на тепловые потери и теплоту перемешивания.

10.9 Процедура адиабатического метода

10.9.1 Включают электродвигатель мешалки и контроллер калориметра. Для приведения температуры рубашки в точное соответствие с температурой сосуда используют включатель ручного контроля. Обеспечивают автоматический контроль температуры контроллером и выдерживают 15 мин для достижения равновесия. В этой точке, а также в конечной точке автоматически регулируют температуру рубашки до температуры сосуда или немного ниже (не более 0,005 °С). Снимают показания с интервалами 1 мин до получения трех постоянных последовательных показаний. Поджигают образец, нажимая на кнопку блока зажигания. Сразу должна загореться сигнальная лампа, и температура должна начать повышаться примерно через 15 с (если температура не начинает повышаться, испытание прекращают). Считывают и регистрируют начальную температуру с точностью до 0,00005 °С.

10.9.2 Через 6 мин после зажигания снимают показание температуры с интервалом 1 мин до получения трех последовательных постоянных значений. Регистрируют значение конечной температуры с точностью до 0,0005 °С.

10.10 Анализ содержимого бомбы

10.10.1 Выключают контроллер и мешалку, вынимают бомбу из калориметра. Открывают игольчатый клапан и обеспечивают выход газа с постоянной скоростью таким образом, чтобы не менее чем за 1 мин снизить давление до атмосферного. Открывают бомбу и визуально оценивают полноту сгорания углерода. Результат не учитывают при обнаружении следов несгоревшего углерода. Промывают внутреннюю поверхность бомбы, в том числе электроды и тигель для образца, тонкой струей воды и количественно собирают промывные воды в колбу Эрленмейера вместимостью 500 $см^3$. Используют минимальное количество воды для промывания, желательно не более 300 $см^3$. Титруют промывные воды стандартным раствором щелочи, используя индикатор метиловый красный.

10.10.2 Определяют содержание серы в образце с точностью до 0,02 % по ASTM D 129, ASTM D 1266 (IP 107), ASTM D 2622, ASTM D 3120, ASTM D 4294 или ASTM D 5453 в зависимости от летучести образца.

10.10.3 При использовании проволоки из железа или хромеля «С» удаляют и измеряют длину сложенных частей несгоревшей проволоки зажигания и вычитают полученное значение из первоначальной длины проволоки. Записывают разность как израсходованную проволоку.

11 Вычисления

11.1 Изопериболический метод повышения температуры

Используя данные, полученные по разделу 10, строят график зависимости температуры от времени и вычисляют скорректированное повышение температуры Δt, °С, по формуле

$$\Delta t = t_f - t_i - r_1(b - a) - r_2\,(c - b), \quad (7)$$

где t_f — температура при времени c, °С;
t_i — температура при воспламенении, °С;
r_1 — скорость повышения температуры в начальный период до воспламенения, °С;
b — время (с точностью до 0,1 мин), когда повышение температуры достигает 63 % от общего значения, полученного графически или путем вычисления;
a — время зажигания, мин;
c — время начала конечного периода, в котором скорость изменения температуры со временем становится постоянной;
r_2 — скорость повышения температуры во время конечного периода, °С.

11.2 Адиабатический метод повышения температуры

Вычисляют скорректированное повышение температуры Δt, °С, используя данные, полученные в соответствии с разделом 10 по формуле

$$\Delta t = t_f - t_i, \quad (8)$$

где t_f — конечная равновесная температура, °С;
t_i — температура при воспламенении, °С.

11.3 Термохимические поправки (см. приложение А2)

Для каждого испытания вычисляют следующие поправки:

- e_1 — поправка на теплоту образования азотной кислоты (HNO_3) J, равная объему ($см^3$) стандартного 0,0866 н. раствора NaOH, израсходованного на титрование, умноженному на 5;
- e_2 — поправка на теплоту образования серной кислоты (H_2SO_4) J, равная числу 58,6, умноженному на содержание серы в образце (%) и на массу образца (г);
- e_3 — поправка на теплоту сгорания липкой ленты J, равная массе липкой ленты (г), умноженной на теплоту сгорания ленты (Дж/г);
- e_4 — поправка на теплоту сгорания проволоки для зажигания J, равная числу 1,13, умноженному на длину израсходованной железной проволоки (мм), или числу 0,96, умноженному на длину израсходованной проволоки из хромеля «С» (мм).

11.4 Высшая теплота сгорания

Вычисляют высшую теплоту сгорания по формулам:

$$Q_g\,(\text{высшая, } t\,°C) = (\Delta t W - e_1 - e_2 - e_3 - e_4) / 1000M; \quad (9)$$

$$Q_g\,(\text{высшая, } 25\,°C) = Q_g\,(\text{высшая } t\,°C) + A\,(t - 25), \quad (10)$$

где Q_g (высшая, t °С) — высшая теплота сгорания при постоянном объеме и конечной температуре испытания, МДж/кг;

Δt — скорректированное повышение температуры, °С;
W — энергетический эквивалент калориметра, Дж/°С;
e_1, e_2, e_3, e_4 — поправки, приведенные в 11.3;
M — масса образца, г;
Q_g (высшая, 25 °С) — высшая теплота сгорания при постоянном объеме, МДж/кг;
A — поправочный коэффициент, МДж/кг · °С, для корректировки от конечной температуры сгорания до 25 °С [см. монографию[1)], с. 16]; значения коэффициента А приведены в таблице 1;
t — конечная температура сгорания, °С.

Таблица 1 — Значение коэффициента A

Q_g (высшая, t °С), МДж/кг	A, МДж/кг · °С	Q_g (высшая, t °С), МДж/кг	A, МДж/кг · °С
43,00	0,00157	45,75	0,00271
43,25	0,00167	46,00	0,00282
43,50	0,00178	46,25	0,00292
43,75	0,00188	46,50	0,00302
44,00	0,00199	46,75	0,00313
44,25	0,00209	47,00	0,00323
44,50	0,00219	47,25	0,00333
44,75	0,00230	47,50	0,00344
45,00	0,00240	47,75	0,00354
45,25	0,00250	48,00	0,00365
45,50	0,00261	—	—

Примечание 11 — Высшую теплоту сгорания при постоянном давлении Q_{gp}, МДж/кг, можно вычислить по формуле

$$Q_{gp} = Q_g + 0{,}006145H, \quad (11)$$

где H — содержание водорода, % масс., по ASTM D 1018, ASTM D 3701 или ASTM D 7171.

11.5 Низшая теплота сгорания

Вычисляют низшую теплоту сгорания при постоянном давлении Q_n (низшая, 25 °С), МДж/кг, по формуле

$$Q_n \text{ (низшая, 25 °С)} = Q_g \text{ (высшая, 25 °С)} - 0{,}2122H, \quad (12)$$

где Q_g (высшая, 25 °С) — высшая теплота сгорания при постоянном объеме, МДж/кг;
H — содержание водорода в образце, % масс., по ASTM D 1018, ASTM D 3701 или ASTM D 7171.

12 Протокол испытаний

Регистрируют низшую теплоту сгорания — количественную характеристику, используемую на практике, и высшую теплоту сгорания с точностью до 0,002 МДж/кг.

[1)] Jessup R.S. «Точные измерения теплоты сгорания калориметрической бомбой», NBS Monograph 7, U.S. Government Printing Office.

13 Прецизионность и смещение[1)]

13.1 Прецизионность

Прецизионность метода получена статистическим исследованием результатов межлабораторных испытаний.

13.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2 — Повторяемость (сходимость)

Наименование топлива	Высшая теплота сгорания, МДж/кг	Низшая теплота сгорания, МДж/кг
Топлива всех видов	0,097	0,096
Нелетучие топлива	0,096	0,099
Летучие топлива	0,100	0,091

13.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 3, только в одном случае из двадцати.

Таблица 3 — Воспроизводимость

Наименование топлива	Высшая теплота сгорания, МДж/кг	Низшая теплота сгорания, МДж/кг
Топлива всех видов	0,228	0,324
Нелетучие топлива	0,239	0,234
Летучие топлива	0,207	0,450

13.2 Смещение

Смещение настоящего метода испытаний, полученное при статистическом анализе результатов межлабораторных исследований, приведено в таблице 4.

Таблица 4 — Смещение

Высшая теплота сгорания, МДж/кг	Низшая теплота сгорания, МДж/кг
0,001	0,089

[1)] Подтверждающие данные хранятся в Штаб-квартире ASTM International и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1229. Значения прецизионности и смещения получены при проведении межлабораторных испытаний, описанных в RR:D02-1007.

Приложения А
(обязательные)

А1 Аппаратура для определения теплоты сгорания

А1.1 Требования к помещению для испытания

Помещение, в котором работает калориметр, должно быть защищено от сквозняков и не подвергаться резким перепадам температуры. Точное значение температуры несущественно, если температура поддерживается постоянной в диапазоне от 23 °С до 26 °С. Температура должна быть постоянной не только в течение дня, но и в любое время года. Кожух калориметра, мост и гальванометр должны быть защищены от воздействия прямого солнечного света. Должны быть предусмотрены надлежащие средства освещения, отопления и вентиляции. Следует обеспечить термостатическое регулирование температуры окружающей среды и регулируемую влажность.

А1.2 Кислородная бомба

Кислородная бомба должна соответствовать требованиям ASTM E 144 и иметь внутренний объем (350 ± 50) мл. Все детали должны быть изготовлены из материалов, не оказывающих влияния на процесс сгорания или его продукты и обеспечивающих измерение выделяемого тепла или определение конечных продуктов. Если бомба покрыта тонким слоем платины или золота, все отверстия должны быть герметизированы, чтобы продукты сгорания не контактировали с основным металлом. Конструкция бомбы должна обеспечивать полное удаление жидких продуктов сгорания со стенок бомбы при промывании ее внутренней поверхности. Во время испытания не должно быть утечки газа. Бомба должна выдерживать испытание гидростатическим давлением при избыточном давлении 20,7 МПа при температуре окружающей среды, при этом напряжение любой детали не должно превышать предел упругости[1)]. Для улучшения циркуляции воды под бомбой при необходимости проводят модификацию бомбы, увеличивая высоту ножек до 12 мм.

А1.3 Сосуд калориметра

Сосуд калориметра должен быть изготовлен из металла (предпочтительно из меди или латуни) с покрытием, стойким к потускнению, и хорошо отполирован снаружи. Размер сосуда должен обеспечивать полное погружение бомбы в воду в собранном калориметре. Он должен быть оснащен устройством для тщательного перемешивания воды с постоянной скоростью, но с минимальной подачей тепла. Непрерывное перемешивание в течение 10 мин не должно вызывать повышения температуры калориметра более чем на 0,01 °С от исходной идентичной температуры в калориметре, помещении и рубашке. Погружная часть мешалки должна быть соединена с наружной частью материалом с низкой теплопроводностью.

А1.4 Рубашка

Калориметрическая бомба и сосуд с водой должны быть полностью окружены водяной рубашкой с перемешиваемой водой и поддерживаться таким образом, чтобы стенки, верх и дно бомбы находились на расстоянии примерно 1 см от стенок рубашки. Конструкция рубашки должна обеспечивать постоянную температуру или предусматривать автоматическое регулирование температуры до температуры, равной температуре калориметрической бомбы и сосуда с водой для адиабатической процедуры. Конструкция рубашки должна обеспечивать отсутствие конденсата на сосуде калориметра[2)].

А1.5 Термометры

А1.5.1 Температуру в калориметре и рубашке измеряют с помощью следующих термометров.

А1.5.1.1 Палочные стеклянные жидкостные термометры ASTM, в которых термометрической жидкостью является ртуть, для калориметрической бомбы диапазоном измерений от 19 °С до 35 °С, от 18,9 °С до 25,1 °С или от 23,9 °С до 30,1 °С, соответствующие требованиям для термометров 56С, 116С или 117С по ASTM E 1. Следует определить погрешность каждого термометра с интервалом не более 1,5 °С по всей шкале. Поправки должны быть вычислены с точностью до 0,002 °С для каждой контрольной точки соответственно.

А1.5.2 Температуру в калориметре следует измерять с помощью следующих термометров.

А.1.5.2.1 Платиновый термометр сопротивления, термистор или другие устройства для измерения температуры, которые при использовании с применяемым с ними оборудованием будут неоднократно измерять повышение температуры с регистрируемой погрешностью до 0,0001 °С и повторяемостью, обеспечивающими требования прецизионности для энергетического эквивалента. Среднеарифметическое значение температуры для всех определений не должно отклоняться более чем на 0,05 °С и повышение температуры для всех определений должно быть в пределах ± 0,3 °С.

[1)] Кислородную бомбу Parr No. 1108 или эквивалентную можно приобрести в Parr Instrument Co., 211 Fifty-third St., Moline, IL 61265.

[2)] Рубашку калориметра Parr No. 1261 или эквивалентную, соответствующую данным требованиям, можно приобрести в Parr Instrument Co., 211 Fifty-third St., Moline, IL 61265.

А1.6 Автоматический контроллер микропроцессора калориметра

Можно использовать автоматический контроллер регистрации температуры и вычисления энергетического эквивалента. Автоматический контроллер должен обеспечивать сохранение значений температуры калориметра, регистрируемых через установленные интервалы времени после воспламенения топлива в бомбе и до окончания испытания. Сохраненные данные вместе с массой образца, поправкой для азотной кислоты и содержанием серы при введении в прибор можно использовать для вычисления энергетического эквивалента или теплоты сгорания.

А1.7 Цепь зажигания

Для воспламенения требуется переменный или постоянный ток напряжением от 6 до 16 В с амперметром или сигнальной лампой в цепи для указания прохождения тока. Можно использовать понижающий трансформатор, соединенный с осветительной цепью или аккумуляторной батареей напряжением 115 В, частотой 50/60 Гц[1)] (**Предупреждение** — Выключатель цепи зажигания должен быть мгновенно-контактного типа, нормально разомкнутый, кроме тех случаев, когда выключатель удерживается в замкнутом состоянии оператором).

А1.8 Прибор для отсчета времени

Для изопериболического метода используют часы или другое устройство отсчета времени, обеспечивающее измерение с точностью до 1 с.

А1.9 Тигель для образца

Низкий платиновый тигель с бортиком диаметром 26 мм, глубиной 11 мм[2)]. Можно использовать тигли из сплавов недрагоценных металлов, если их масса после нескольких предварительных сжиганий изменяется незначительно.

А2 Поправки

А2.1 Поправки к термометру

Не требуется вводить поправки на выступающий столбик ртути к термометрам.

А2.2 Термохимические поправки

А2.2.1 Теплота образования азотной кислоты

Поправку 5J (см. 11.3 настоящего стандарта) применяют для каждого 1 $см^3$ стандартного 0,0866 н. раствора NaOH, израсходованного на титрование кислоты. Предполагают, что титруемой кислотой является HNO_3 и теплота образования 0,1 н. HNO_3 в условиях испытания составляет 57,8 кДж/моль. Если дополнительно присутствует H_2SO_4, то часть поправки для H_2SO_4 содержится в поправке e_1, а остальное — в поправке e_2.

А2.2.2 Теплота образования серной кислоты

Поправку 5,86 кДж применяют для каждого 1 г серы в образце. Это основано на теплоте образования 0,17 н. H_2SO_4, которая составляет + 301,4 кДж/моль. Однако поправка, равная 2 · 57,8 кДж/моль серы, была использована для H_2SO_4 в поправке e_1. Следовательно дополнительная поправка равна 301,4 — (2 · 57,8) = 185,8 кДж/моль, или 5,86 кДж/г серы.

А2.2.2.1 Значение 5,86 кДж/г серы получено для мазута, содержащего сравнительно большое количество серы. Поскольку при снижении процентного содержания серы уменьшается значение поправки, поэтому допустима относительно большая погрешность. Для этого вычисления был принят эмпирический состав мазута — 0,8 % S; 99,2 % CH_2. При сгорании 0,6 г образца такого топлива в бомбе, содержащей 1 $см^3$ воды, нормальность образовавшейся H_2SO_4 составит примерно 0,17 н.

А2.2.2.2 По данным национального бюро стандартов (NBS), Circular № 500, теплота реакции SO_2, г + 1/2 O_2, г + 651 H_2O (1) – H_2SO_4 · 650 H_2O (1) при постоянном объеме и давлении 3 МПа равна 301,4 кДж/моль.

А2.2.3 Теплота сгорания проволоки для зажигания

При использовании платиновой проволоки поправку на теплоту сгорания проволоки не применяют. Требуемой электроэнергией можно пренебречь при использовании проволоки одинаковой длины при определении энергетического эквивалента и при испытании неизвестных образцов. При использовании железной проволоки или проволоки из хромеля «С» используют следующие значения теплоты сгорания:

- железная проволока калибра Брауна-Шарпа № 34 — 1,13 Дж/мм;
- проволока из хромеля «С» — 0,96 Дж/мм.

А2.2.4 Теплота сгорания липкой ленты

Поправка на теплоту сгорания липкой ленты (см. 9.2 настоящего стандарта) предполагает ее полное сгорание.

[1)] Блок зажигания Parr No. 2901 или эквивалентный, соответствующий данным требованиям, можно приобрести в Parr Instrument Co., 211 Fifty-third St., Moline, IL 61265.

[2)] Тигель для образца Parr No. 43A6, соответствующий данным требованиям, можно приобрести в Parr Instrument Co., 211 Fifty-third St., Moline, IL 61265.

А3 Правила безопасности

А3.1 Кислород

А3.1.1 Не допускается превышение объема образца.

А3.1.2 При заполнении бомбы следуют рекомендациям изготовителя.

А3.1.3 Не допускается использовать масло или смазку на регуляторах, измерительных устройствах или контрольном оборудовании.

А3.1.4 Следует использовать оборудование, подготовленное для работы с кислородом, тщательно очищенное от нефтепродуктов, смазки и других горючих веществ.

А3.1.5 Горючие вещества хранят вдали от кислорода и источников воспламенения.

А3.1.6 Следят за чистотой поверхностей для предотвращения воспламенения и/или взрыва при контакте с кислородом.

А3.1.7 Следует всегда использовать регулятор давления. Перед открытием вентиля баллона регулятором сбрасывают давление.

А3.1.8 Используемое оборудование и контейнеры должны быть пригодны и рекомендованы для работы с кислородом.

А3.1.9 Не допускается перемещение кислорода из баллона, в котором он получен, в другой баллон.

А3.1.10 Не допускается смешивать газы в баллонах.

А3.1.11 Не допускается ронять баллон. Следует убедиться, что баллон все время закреплен.

А3.1.12 Кран баллона следует держать закрытым, когда кислород не используют.

А3.1.13 Следует отходить от розетки при открытии вентиля баллона.

А3.1.14 Баллон следует хранить вдали от солнечного света и тепла.

А3.1.15 Не допускается хранить баллон в агрессивной окружающей среде.

А3.1.16 Не допускается использовать баллон без этикетки.

А3.1.17 Не допускается использовать помятый или поврежденный баллон.

А3.1.18 Кислород используют только для технических целей. Не допускается использовать его для ингаляции.

А3.1.19 Кислород используют только в хорошо проветриваемом помещении.

А3.1.20 Подробные указания по технике безопасности при использовании сжатого кислорода приведены в руководствах Ассоциации по сжатому газу G-4 и G-4.1 или в инструкциях по охране труда при обращении с кислородными баллонами.

А3.2 Гидроксид натрия

А3.2.1 Перед использованием необходимо ознакомить персонал с мерами предосторожности для безопасной работы.

А3.2.2 Не допускается попадание гидроксида натрия в глаза, на кожу или одежду.

А3.2.3 Следует избегать вдыхания пыли или тумана.

А3.2.4 Не следует принимают внутрь.

А3.2.5 При работе с гидроксидом натрия следует использовать защитные очки или щиток для лица, защитные перчатки, специальную обувь и одежду.

А3.2.6 При смешивании гидроксида натрия с водой его медленно добавляют на поверхность раствора для предотвращения разбрызгивания. При приготовлении растворов не используют горячую воду; температура при перемешивании не должна повышаться более чем на 10 °С/мин, максимальная температура раствора не должна превышать 90 °С. Добавляемая порция гидроксида натрия не должна повышать концентрацию раствора более чем на 5 %.

А3.3 Изооктан (2,2,4-триметилпентан)

А3.3.1 Следует хранить вдали от источников тепла, искр и открытого пламени.

А3.3.2 Следует хранить в закрытом контейнере.

А3.3.3 Следует использовать при соответствующей вентиляции.

А3.3.4 Следует избегать скопления паров и удалять источники воспламенения; не следует использовать электрооборудование в невзрывозащищенном исполнении и обогреватели.

А3.3.5 Следует избегать длительного вдыхания паров или тумана.

А3.3.6 Следует избегать длительного или повторного контакта с кожей.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 129	—	*
ASTM D 240	—	*
ASTM D 1018	—	*
ASTM D 1193	—	*
ASTM D 1266	IDT	ГОСТ 32403—2013 «Нефтепродукты. Определение содержания серы (ламповый метод)»
ASTM D 2622	IDT	ГОСТ 33194—2014 «Нефть и нефтепродукты. Определение содержания серы методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии с волновой дисперсией»
ASTM D 3120	—	*
ASTM D 3701	—	*
ASTM D 4294	IDT	ГОСТ 32139—2013 «Нефть и нефтепродукты. Определение содержания серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии»
ASTM D 5453	—	*
ASTM D 7171	—	*
ASTM E 1	—	*
ASTM E 144	—	*
ASTM E 200	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 665.73/.75:536.662:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: топлива жидкие углеводородные, определение теплоты сгорания, калориметрическая бомба, точный метод

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Ю. Каболова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 24.09.2019. Подписано в печать 25.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 1,84.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 33299—2015 Топлива углеводородные жидкие. Определение теплоты сгорания в калориметрической бомбе (точный метод)

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 9 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru