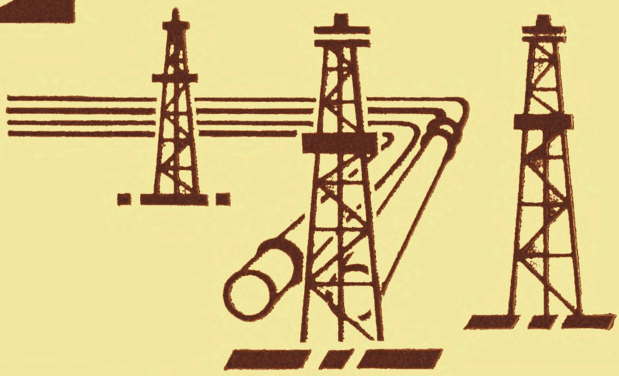
ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ СБОРНИК



НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

ЧАСТЬ 1

gost.e-ecolog.ru



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Часть I

Издание официальное

ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва
1987

УДК 665.521.001.4(083.7)

ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Нефтепродукты. Методы испытаний» часть I содержит стандарты, утвержденные до 1 марта 1987 г.

В стандарты внесены все изменения, принятые до указанного срока. Около номера стандарта, в который внесено изменение, стоит знак *.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в выпускаемом ежемесячно информационном указателе «Государственные стандарты СССР».

Н $\frac{30801}{085(02)-87}$—87

© Издательство стандартов, 1987

Группа Б09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Метод определения удельной теплоты сгорания

Oil products.
Method for the determination of specific of combustion

ОКСТУ 0209

ГОСТ 21261—75*

(СТ СЭВ 3965—83)

Взамен
ГОСТ 5080—55,
ГОСТ 6712—53

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 ноября 1975 г. № 2592 срок введения установлен

с 01.01.77

Проверен в 1984 г. Срок действия продлен

до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на жидкие топлива (автомобильные и авиационные бензины, дизельные, реактивные, газотурбинные и котельные топлива), углеводородные и кислородсодержащие компоненты жидких топлив и устанавливает калориметрический метод определения высшей и вычисления низшей удельной теплоты сгорания.

Сущность метода заключается в полном сжигании массы испытуемого жидкого топлива в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода, насыщенного водяным паром, с использованием для герметизации пробы хорошо сгораемой полимерной пленки или без герметизации, в измерении количества теплоты, выделившейся при сгорании топлива и вспомогательных веществ, а также при образовании водных растворов азотной и серной кислот в условиях испытания, и вычислении удельной теплоты сгорания топлива.

При испытании дизельных, котельных и топлив промышленно-бытового назначения с температурой вспышки выше 38° С допускается проведение испытания без герметизации пробы полимерной пленкой.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3965—83.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г. и 04.06.84, Пост. № 1831 (ИУС 11—81, 9—84).*

1а. ОТБОР ПРОБ

1а.1. Отбор и подготовка проб проводится по ГОСТ 2517—85.

1а.2. При испытании нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 38° С пробы перед заполнением ампулы охлаждают в течение 15—20 мин до 4° С для предотвращения потерь легких фракций.

Разд. 1а (Введен дополнительно, Изм. № 2).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения удельной теплоты сгорания применяются:

калориметрическая установка (черт. 1), основной частью которой является калориметрическая самоуплотняющаяся бомба типа В-08 или В-09 с клапанами в нижней или верхней части (черт. 2, 3), или другая установка, позволяющая получить идентичные результаты;

весы аналитические любого типа с погрешностью не более 0,0002 г;

весы технические с пределом взвешивания не менее 5 кг и погрешностью не более 0,2 г;

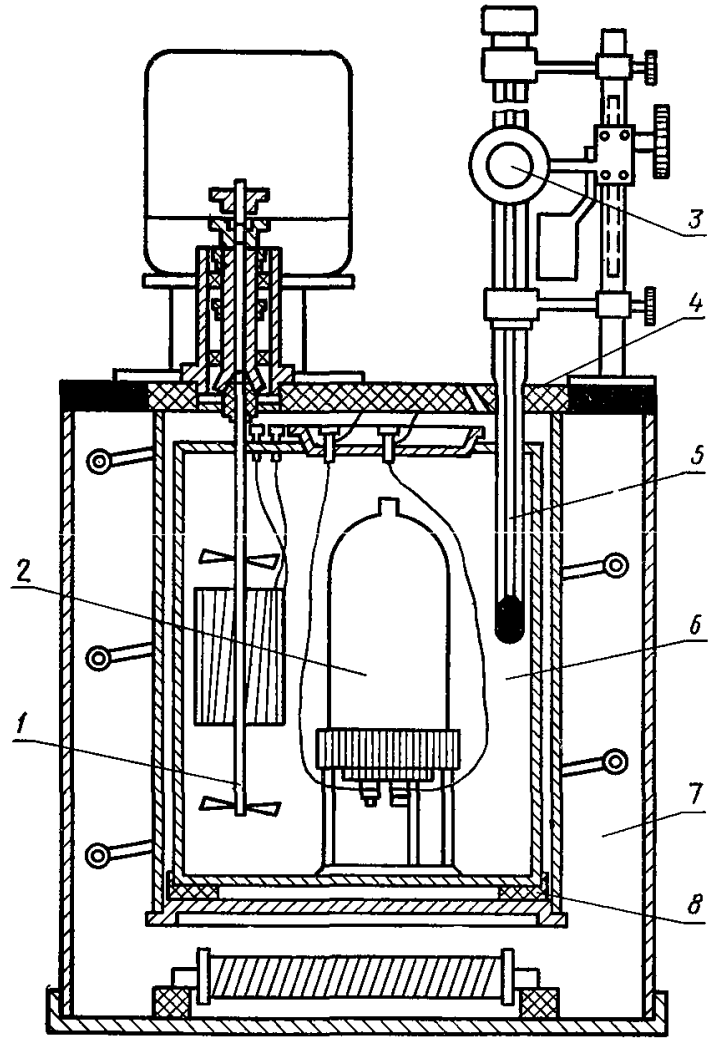
термометры калориметрические ртутные постоянного или переменного наполнения со шкалой, рассчитанной на измерения температур в диапазоне не менее 4° С и с ценой деления шкалы 0,01° С, характеристика которых приведена в табл. 1;

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для термометра	
	постоянного наполнения	переменного наполнения
Пределы измерения основной шкалы, °С	24—28	0—5
Цена деления шкалы, °С:		
основной	0,01	—
вспомогательной	—	0,01
Высота ртутного резервуара, мм	—	5
Расстояние от основания ртутного резервуара до первой отметки, мм	60±20 150±20	— —
Оцифровка отметок шкалы, °С	0,2	0,2
Погрешность шкалы, °С	0,02	0,02
Предел нагревания, °С	28—20	150—20
Общая длина, мм	520±50	560±10
Диаметр термометра, мм	5,5±1,0	16±1 (оболочки)

Термометры проверяются через каждые 0,5° С, при этом поправки должны быть приведены с погрешностью не более ±0,001° С;

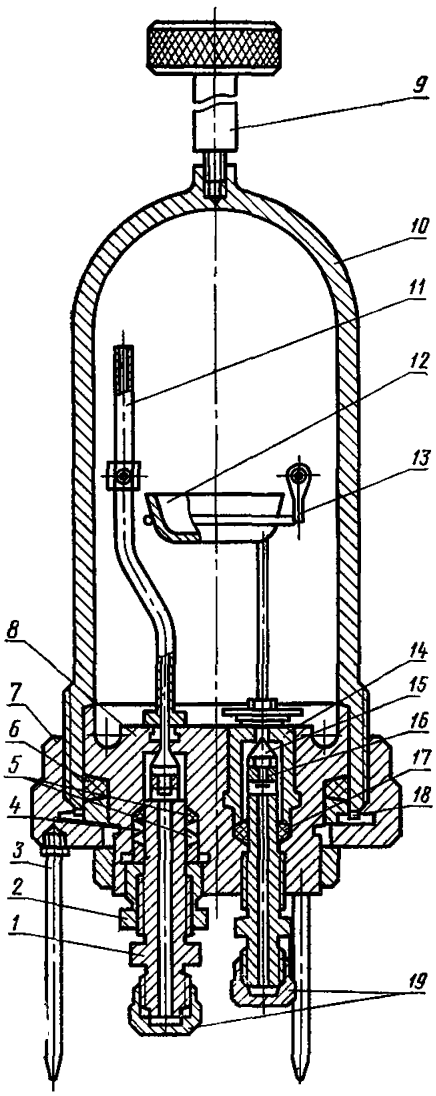
Принципиальная схема основной части калориметра



1 — мешалка; *2* — калориметрическая бомба; *3* — оптическое устройство; *4* — крышка; *5* — термометр; *6* — калориметрический сосуд; *7* — кожух калориметра; *8* — изоляторы

Черт. 1

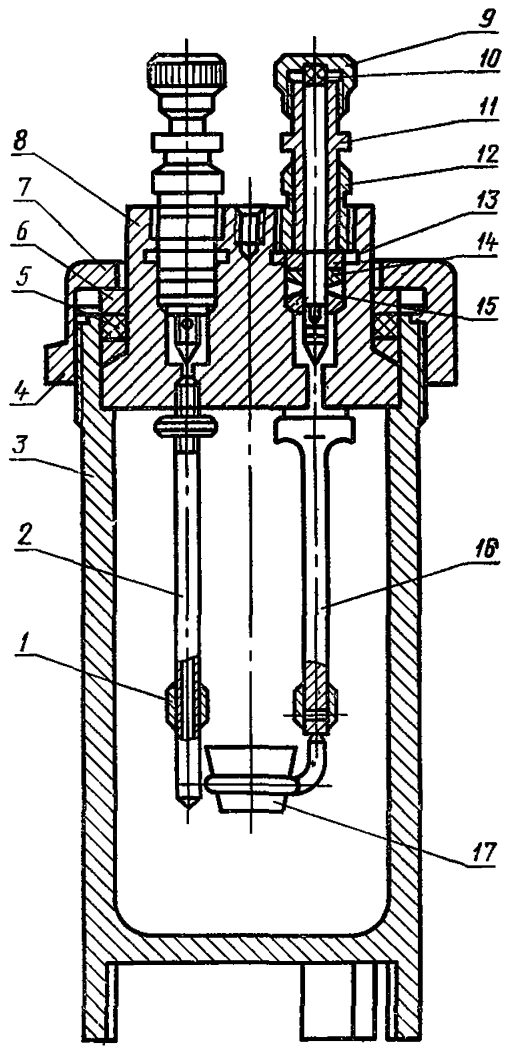
Калориметрическая бомба с клапанами в нижней части



1 — входной штуцер; *2* — гайка; *3* — ножки; *4* — шайба; *5* — прокладка; *6* — прокладка; *7* — накидная гайка; *8* — вкладыш; *9* — винт; *10* — цилиндрический корпус; *11* — газопроводная трубка, служащая одновременно электродом; *12* — чашечка; *13* — электрод, служащий одновременно держателем чашечки; *14* — резьбовая пробка; *15* — наконечник; *16* — клапан; *17* — прокладка; *18* — металлическое кольцо; *19* — колпачки

Черт. 2

Калориметрическая бомба с клапанами в верхней части



1 — подвижные втулки; *2* — газопроводная трубка, служащая одновременно электродом; *3* — цилиндрический корпус; *4* и *6* — металлические кольца; *5* — прокладка; *7* — накидная гайка; *8* — вкладыш; *9* — колпачки; *10* — прокладки; *11* — штуцера; *12* — гайки; *13* — шайба; *14* — прокладки; *15* — шайба; *16* — электрод, служащий одновременно держателем чашечки; *1* — чашечка

Черт. 3

термометр сопротивления или любой прибор для измерения температуры с погрешностью не более 0,001° С;

термометр ТЛ-4 4-А-2 ГОСТ 215—73 или термометр ртутный лабораторный с диапазоном шкалы 0—100° С и ценой деления шкалы 0,1° С.

оптическое устройство для отсчета показаний калориметрического термометра с погрешностью не более 0,001° С (например, короткофокусная зрительная труба с кратностью увеличения в 6—9 раз и фокусным расстоянием от 0,5 до 1,0 м, обеспечивающая отсчет показаний ртутного калориметрического термометра с погрешностью не более 0,001° С. Труба крепится на специальном штативе, по вертикальной штанге которого она должна свободно перемещаться, не изменяя строго горизонтального положения своей оптической оси. Крепление устройства на самом термометре не допускается);

калориметрическая чашечка из платины, хромоникеля, кварца или жаропрочной нержавеющей стали для сжигания эталонных и исследуемых веществ в бомбе. Размеры: диаметр дна от 18 до 20 мм, диаметр верхней части от 22 до 28 мм, высота от 6 до 15 мм, толщина стенок платиновой чашечки 0,5 мм, стальной — 1,0 мм.

При испытании нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 38° С применяют чашечки с бортиком 5—6 мм для нанесения на чашечку пленки, обеспечивающей герметичность испытуемого нефтепродукта до момента поджигания;

кислородный редуктор с двумя манометрами, служащий для контроля давления в баллоне и бомбе, или манометр с предохранительным клапаном;

трубки металлические цельнотянутые кислородподводящие с ниппелями;

пресс для брикетирования бензойной кислоты, имеющий прорезь в матрице для установления запальной проволоки;

сушильный шкаф или водяная баня;

секундомер по ГОСТ 5072—79 или устройство для измерения времени с погрешностью не более 1 с;

пинцет для закрепления проволоки для запала на внутренней арматуре бомбы;

посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82;

стаканы вместимостью 400—600 см³;

колбы типа Кн, вместимостью 250—500 см³, исполнения 1 или 2;

стаканчики для определения массы типа СВ или колбы Кн с притертой пробкой, вместимостью 10—25 см³;

воронки стеклянные лабораторные;

эксикаторы 1—190; 2—190;

приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74;
бюретки вместимостью 25—50 см³;
пипетки вместимостью 1 и 2 см³;
промывалка вместимостью 500—1000 см³ с резиновой или пластмассовой грушей;
шприц медицинский вместимостью 1—10 см³;
проволока запальная диаметром от 0,05 до 0,2 мм для сжигания током испытуемого образца в бомбе с удельной теплотой сгорания, кДж/кг:
7500 — железная,
3240 — никелиновая по ГОСТ 2179—75,
3140 — константановая по ГОСТ 5307—77,
2510 — медная по ГОСТ 2112—79,
6690 — стальная,
1402 — хромоникелевая,
420 — платиновая по ГОСТ 18389—73;
асбест волокнистый прокаленный;
бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76;
пленка полиэтилентерефталатная по ГОСТ 24234—80 или любая другая, хорошо сгорающая в атмосфере кислорода;
нить хлопчатобумажная по ГОСТ 6309—80, теплоту сгорания нити принимают равной 16240 кДж/кг;
коллодий медицинский или полиграфический;
раствор коллодия в этиловом эфире;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
кислород с чистотой 99% по ГОСТ 5583—78. Не допускается применять кислород, полученный электролизом воды;
кислота бензойная, х. ч., с содержанием основного компонента не менее 99,9% и известной теплотой сгорания;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, водный раствор 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;
фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;
двуокись углерода (сухой лед) по ГОСТ 12162—77;
пятиокись фосфора или кальций хлористый;
ацетон по ГОСТ 2768—79.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Требования к помещению

2.1.1. Калориметрические измерения необходимо проводить в отдельной комнате. В помещении не должно быть никаких нагревательных устройств, влияющих на калориметрические измерения.

Во время проведения испытания вентиляция помещений не допускается, а отопление не должно создавать заметных воздушных потоков. Температура воздуха в помещении должна быть по возможности постоянной не только в течение дня, но и в разные сезоны года. Значения температуры воздуха регистрируют при записи результатов испытания.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Подготовка к определению теплоты сгорания полимерной пленки

2.2.1, 2.2.2. (Исключены, Изм. № 2).

2.2.3. Удельную теплоту сгорания пленки, применяемой для нанесения на чашечку, определяют по пп. 3.1—3.7 для внесения поправки при вычислении удельной теплоты сгорания испытуемого нефтепродукта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.4. Для определения теплоты сгорания пленку массой 0,5—1,0 г плотно свертывают, определяют массу на весах с погрешностью не более 0,0002 г. Затем пленку обвязывают хлопчатобумажной или асбестовой нитью (массу которой определяют с той же погрешностью) и помещают в чашечку.

Далее поступают, как указано в пп. 2.4а.3; 2.4а4; 2.5. Для обеспечения нормального теплообмена при сжигании пленки температура воды в калориметрическом сосуде должна быть на 0,5—0,8° С ниже температуры воды в оболочке.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Подготовка к определению теплоты сгорания жидких топлив с использованием чашечки, герметизированной пленкой

2.3.1. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.3.2. Из пленки вырезают запальную полоску длиной 30—35 мм, шириной 6—8 мм и кружок несколько большего диаметра, чем диаметр чашечки с бортиком.

Пленку предварительно просматривают на свет для обнаружения отверстий и берут для покрытия чашечки только пленку без отверстий, стеклянной палочкой наносят 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 чашечки. Затем смазывают раствором бортик чашечки 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 чашечки. После нанесения пленки чашечку оставляют на воздухе для просушки пленки на 1—2 ч. После этого делают надрез ножницами в выступающем конце запальной полоски, взвешивают чашеч-

ку с погрешностью не более 0,0002 г и определяют массу нанесенной пленки.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.3. В чашечку, подготовленную по п. 2.3.2, шприцем или пипеткой, осторожно прокалывая пленку, вводят 0,5—0,6 г испытуемого нефтепродукта, затем взвешивают ее с погрешностью не более 0,0002 г и определяют массу нефтепродукта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.4. Чашечку 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 чашечки, проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец ее к кислородопроводящей трубке, второй — к токоведущему штифту.

2.3а. Подготовка к определению теплоты сгорания жидких топлив с использованием полимерных ампул

2.3а.1. Для изготовления ампул используют шаблон, состоящий из двух металлических деталей грушевидной или другой формы, скрепляемых в верхней части винтом, позволяющим свободное вращение и закрепление обеих половин (черт. 4). 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.

2.3а.2. Шаблон зажимают между двумя вращающимися вокруг своих осей стержнями, чтобы было удобнее сваривать края пленки. Сваривание пленки по краям происходит под воздействием тепла, достаточного для образования швов. Несваренным оставляют только горлышко ампулы для последующего введения образца.

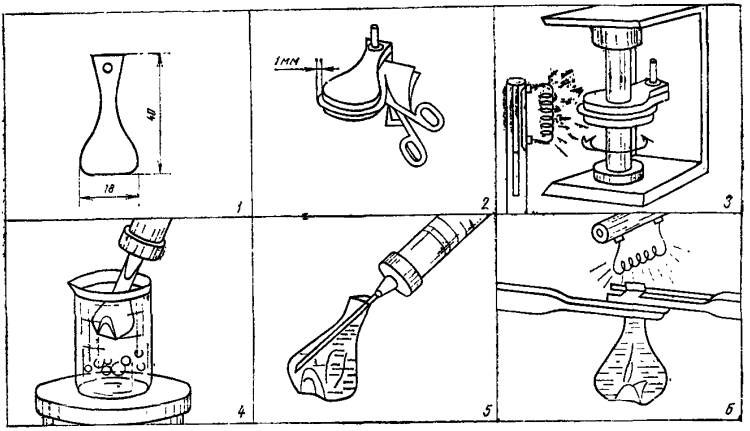
Не допускается использовать ампулы с хрупкими или обуглившимися швами.

2.3а.3. Плоскую ампулу горлышком плотно надевают и укрепляют на коническом наконечнике (без иглы) медицинского шприца с выдвинутым поршнем, опускают ампулу в горячую воду ($\sim 80^\circ$ С) так, чтобы вода не попала внутрь ампулы, и осторожно раздувают ее воздухом при помощи шприца.

2.3а.4. Изготовленную таким образом ампулу сушат воздухом, после чего взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

2.3а.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.

Изготовление ампул из полимерной пленки



Черт. 4

2.3а.6. После заполнения горлышко ампулы на расстоянии примерно от 4 до 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, а горлышко перехватывают еще раз вторым зажимом на расстоянии около 1 мм от края. Этот зажим должен иметь два внутренних выступа такого размера, чтобы они зажимали верхнюю часть горлышка ампулы, не повреждая сварных швов. Убедившись, что через зажатое горлышко не происходит просачивания жидкости, заваривают верх ампулы при помощи нагретой электроспирали, не допуская обугливания.

2.3а.7. Если на поверхности заполненной ампулы имеются подтеки жидкого образца, ее опускают пинцетом в спирт, чтобы смыть остатки жидкости, после чего обдувают сухим водухом и взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г. Определяют массу испытуемого образца по разности результатов определения массы. В течение 5 мин наблюдают за массой ампулы. Если масса не изменяется, значит ампула герметична и допускается к дальнейшему испытанию. В случае негерметичности ампулы повторяют процедуру по пп. 2.3а.4—2.3а.7 с другой ампулой.

2.3а.1—2.3а.7. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2.4. Подготовка к определению теплоты сгорания дизельных и котельных топлив без герметизации чашечки

2.4.1. 0,6—0,8 г нефтепродукта берут с погрешностью не более 0,0002 г в чашечке, масса которого определена предварительно с той же погрешностью.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.2. Запальную проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец ее к кислородоподводящей трубке, другой — к токоведущему штифту и вытягивают среднюю часть отрезка проволоки, не свертывая ее в петлю.

Чашечку с навеской нефтепродукта помещают в кольцо токоведущего штифта. Вытянутая средняя часть укрепленного отрезка проволоки погружается в нефтепродукт, находящийся в чашечке.

2.4а. Определение теплоемкости калориметра

2.4а.1. Теплоемкость калориметра необходимо определять не реже одного раза в 3 мес при тех же условиях, на той же установке и с теми же бомбами, которые в последующем будут использованы для определения удельной теплоты сгорания жидких топлив. Если меняются условия работы (ремонт или замена частей калориметра, замена термометра, перенос калориметра в другое место, изменение температуры помещения более чем на 5° С), то определение теплоемкости калориметра необходимо повторить.

2.4а.2. Эталонное вещество (бензойную кислоту) массой (1,0±0,2) г помещают в матрицу пресса и спрессовывают в плотный брикет (таблетку). Матрицу и вкладыш пресса предварительно протирают этиловым спиртом и высушивают. Таблетку бензойной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Масса образца бензойной кислоты должна обеспечивать подъем температуры калориметра в опыте на 2—2,5° С.

Перед определением теплоты сгорания образец бензойной кислоты следует выдержать в эксикаторе над фосфорным ангидридом не менее 24 ч.

2.4а.3. Отрезок запальной проволоки взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

Допускается с помощью шаблона нарезать проволоку на отрезки равной длины от 60 до 120 мм в зависимости от устройства внутренней арматуры бомбы и системы поджигания (запала), после чего взвешивают на аналитических весах 10—20 отрезков и вычисляют среднюю массу одного отрезка.

2.4а.4. Проволоку прикрепляют к электродам бомбы, обращая внимание на надежность контактов получающейся электрической цепи, при этом средней части проволоки придают U-образную форму или свертывают в спираль (от 6 до 8 витков), или впрессовывают в брикет (таблетку) бензойной кислоты. Чашечку с образцом бензойной кислоты помещают в держатель.

2.4а.1—2.4а.4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

2.5. Подготовка калориметрической бомбы

2.5.1. При использовании для испытаний бомбы с клапанами в нижней части наливают 1 см³ дистиллированной воды в бороздку на вкладыше. При этом вкладыш, собранный с гайкой и контргайкой, устанавливают на подставку так, чтобы клапаны были внизу. На вкладыш надевают корпус бомбы и ввинчивают в накидную гайку, затем затягивают контргайку.

При использовании для испытаний бомбы с клапанами в верхней части наливают в корпус бомбы 1 см³ дистиллированной воды, вкладыш, подготовленный к опыту, снимают с подставки, осторожно опускают в корпус бомбы и навинчивают на него гайку.

2.5.2. Герметично закрытую бомбу подсоединяют через редуктор с манометром к кислородному баллону и медленно, чтобы не вызвать разбрызгивания воды на дне бомбы, наполняют бомбу кислородом, не вытесняя из нее воздух. Давление в бомбе доводят до 3,0 МПа. При достижении требуемого давления закрывают впускной клапан бомбы и вентиль баллона и отсоединяют кислородподводящую трубку от бомбы. На клапаны бомбы надевают колпачки. Герметичность бомбы может быть проверена погружением ее в сосуд с водой. Выделение пузырьков кислорода из бомбы не допускается.

Редуктор, манометры и кислородподводящие трубки должны быть обезжирены и использоваться в соответствии с действующими инструкциями по эксплуатации сосудов (и приборов) под давлением.

Если применяется бомба с автоматическим впускным клапаном, кислород для заполнения бомбы необходимо подавать под давлением, превышающим заданное давление в бомбе на величину, при которой срабатывает пружина впускного клапана.

Необходимо соблюдать осторожность при заполнении бомбы кислородом. Если давление кислорода в бомбе превысит 4,0 МПа, то испытание проводить нельзя, так как при сжигании образца может произойти взрыв или повреждение бомбы. В этом случае кислород удаляют из бомбы обычным способом, а образец к дальнейшему испытанию не допускается.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.3. (Исключен, Изм. № 2).

2.5.4. К токовводу бомбы присоединяют контактный провод. Второй контакт провода замыкают на изолированный контакт на крышке сосуда. Бомбу устанавливают на дно калориметрического сосуда. Предварительно взвешенный сосуд заливают дистиллированной водой для полного погружения бомбы. Сосуд закрывают крышкой и взвешивают с погрешностью не более 0,2 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.5. Сосуд с водой и бомбой ставят в оболочку калориметра на изоляционную подставку. Масса воды в калориметрическом сосуде должна быть такой же, как при определении теплоемкости

калориметрической системы. Оболочку калориметра обязательно заземляют через контакт «земля». К сосуду подключают электроразъем нагревателя и два штырьковых контакта цепи зажигания. Оболочку закрывают крышкой. Ось мешалки сосуда соединяют с ведущим валом двигателя. К двигателю подключают электроразъем.

2.5.6. Термометр (постоянного или переменного наполнения) осторожно вставляют в калориметрический сосуд так, чтобы глубина его погружения была 180 мм относительно верхней поверхностной крышки оболочки. Температура воды в сосуде перед установкой его в оболочку должна быть на 3,0—3,5° С ниже температуры оболочки и на несколько десятых градуса ниже начальной температуры опыта.

При применении калориметра без обогрева оболочки температура воды в сосуде должна быть на 1—1,5° С ниже температуры помещения, где проводится испытание.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Калориметрическое испытание разделяют на три периода; начальный, главный, конечный.

Начальный период предшествует сжиганию образца и служит для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях начальной температуры испытания.

Главный период, в течение которого происходит сгорание образца нефтепродукта, передача выделившейся теплоты калориметрической системе и выравнивание температуры всех ее частей.

Конечный период служит для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях конечной температуры испытания.

3.2. Включают нагреватель оболочки и устанавливают температуру оболочки от 27,5 до 28° С. Эту температуру поддерживают постоянной в течение всего испытания с помощью автоматической или ручной регулировки с точностью не менее 0,02° С.

Температура воды в калориметрическом сосуде перед установкой в калориметр должна быть несколько ниже 25° С.

При использовании калориметра без обогрева определение проводится при температуре помещения.

Температуру воды в калориметрическом сосуде измеряют через каждые 30 с с погрешностью не более 0,001° С. Данные записывают в протокол испытания.

Для преодоления влияния капиллярных сил, препятствующих равномерному перемещению мениска ртути, перед каждым отсчетом температуры (кроме отсчетов при быстром подъеме температуры в главном периоде) в течение 3—5 с слегка постукива-

ют по термометру вибратором или тонкой палочкой, на которую надета резиновая трубка или корковая пробка.

Примеры записи полученных результатов испытаний указаны в рекомендуемом приложении 2.

3.3. **Начальный период.** При установившемся равномерном подъеме температуры воды в калориметрическом сосуде включают секундомер (или другое устройство для отсчета полуминутных промежутков времени) и начинают записывать температуру за 10—15 мин до ожидаемого момента достижения температуры калориметрического сосуда 25° С. Число полуминутных отсчетов температуры в начальном периоде равно 20. В конце начального периода измеряют температуру воздуха в непосредственной близости от термометра калориметра.

Главный период. При достижении температуры калориметра около 25° С в момент соответствующего полуминутного отсчета температуры, замыкают цепь электрического тока низкого напряжения, подсоединенного к клеммам бомбы, в результате чего сгорает испытуемый образец.

При необходимости для более точного вычисления поправки на теплообмен во время наиболее быстрого подъема температуры производят 8 отсчетов температуры через 15 с, что соответствует 4 полуминутным отсчетам. Затем продолжают фиксировать температуру калориметра через каждые 30 с. Всего в главном периоде производят 24 полуминутных отсчета.

В период быстрого подъема температуры отсчеты производят в целых и дольных частях деления шкалы с погрешностью не более:

0,1 деления — при повышении температуры за 30 с более чем на 0,5 градуса;

0,01 деления — при повышении температуры за 30 с от 0,1 до 0,5 градуса;

0,001 деления — при повышении температуры за 30 с менее чем на 0,1 градуса.

3.4. **Конечный период.** За последним отсчетом главного периода непосредственно следует первый 0,5 мин интервал конечного периода. В начале конечного периода измеряют с помощью специального горизонтально расположенного ртутного термометра температуру воздуха в непосредственной близости от термометра калориметра для последующего вычисления поправки на выступающий столбик ртути. (В случае применения термометра сопротивления эта процедура не требуется).

Всего к конечному периоду относят 20 отсчетов температуры, следующих через каждые 0,5 мин и показывающих равномерное изменение температуры калориметрической системы, характеризующее теплообмен ее с окружающей средой в условиях конечного периода испытания. Отсчеты проводят с погрешностью не более 0,001 деления.

3.1—3.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. По окончании испытания выключают калориметр, приподнимают (или вынимают) термометр, снимают крышку калориметра, отключают провода от зажимов бомбы, вынимают бомбу из калориметрического сосуда и вытирают ее снаружи.

Отвинчивают колпачок с выходного клапана, открывают выпускной вентиль и в течение 4—5 мин выпускают газы.

Затем отвинчивают крышку бомбы и тщательно осматривают внутреннюю поверхность стакана и крышки, внутреннюю арматуру бомбы и воду в ней. При наличии сажистого налета на внутренней поверхности бомбы или чашечке данное определение удельной теплоты сгорания считают недействительным и его повторяют с другим образцом.

Если будет установлено, что данный образец при принятом давлении кислорода в бомбе (3,0 МПа) сгорает неполностью, следует проводить определения, увеличив давление кислорода в бомбе на 0,5 МПа.

В этом случае необходимо и определение теплоемкости калориметра проводить при таком же давлении.

3.6. При отсутствии сажистого налета жидкость из бомбы выливают в чистый стакан, тщательно обмывают из промывалки все внутренние части бомбы, в том числе и чашечку (снаружи и внутри), горячей дистиллированной водой, открывают впускной вентиль и промывают водой оба вентиля и трубку. Все промывные воды (150—200 см³) собирают в один стакан. Содержимое стакана (смыв бомбы) подвергают анализу.

Внутреннюю поверхность бомбы и ее детали вытирают чистой тканью и, не закрывая вентилей, оставляют бомбу до последующего опыта открытой. Вентили после окончания испытания продувают воздухом.

3.5—3.6. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.7. При сжигании серосодержащих топлив промывные воды могут быть использованы для определения содержания серы по ГОСТ 3877—49 методом, обеспечивающим требуемую точность определения высшей теплоты сгорания с целью последующего введения поправки на теплоту образования раствора серной кислоты. В этом случае количество образовавшейся в бомбе азотной кислоты не определяют, а теплота образования ее раствора принимается равной значению, установленному при определении теплоемкости калориметра по эталонной бензойной кислоте. Содержание серы в продукте может быть установлено отдельно в специальных опытах.

При определении удельной теплоты сгорания нефтепродуктов с температурой вспышки ниже 38° С определяют серу по ГОСТ 19121—73.

Для других жидких нефтепродуктов допускается определять серу по ГОСТ 1437—75.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.8. При сжигании бензойной кислоты, пленки и образцов, не содержащих серу, колбу с промывными водами, содержащими азотную кислоту, образовавшуюся в условиях опыта, нагревают и кипятят в течение 5 мин. Затем прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют, смыв раствором гидроокиси натрия до появления неисчезающего розового окрашивания. По количеству раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование промывных вод, вычисляют поправку на теплоту образования раствора азотной кислоты в условиях опыта.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Вычисление теплоемкости калориметра

4.1.1. Теплоемкость калориметра ($C_к$) в килоджоулях на градус вычисляют по формуле

$$C_к = \frac{Q_1 m_1 + Q_2 m_2 + Q_3 V}{\Delta t}, \qquad (1)$$

где Q_1 — удельная теплота сгорания эталонного вещества (бензойной кислоты), кДж/кг;

m_1 — масса бензойной кислоты (в вакууме), кг;

Q_2 — удельная теплота сгорания проволоки (по п. 1.1 настоящего стандарта), кДж/кг;

m_2 — масса сгоревшей проволоки, равная разности масс запальной проволоки, определенных до и после опыта, кг;

Q_3 — объемная теплота образования водного раствора азотной кислоты, эквивалентная 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ и равная $5{,}8 \cdot 10^{-3}$ кДж/см³;

V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование смыва бомбы, см³;

Δt — исправленный подъем температуры в опыте, °С, рассчитывают по п. 4.1.3.

4.1.2. Массу в вакууме бензойной кислоты (m_1) в килограммах вычисляют по формуле

$$m_1 = m_s + \rho_a \left(\frac{m_s}{\rho_s} - \frac{m_s}{\rho_w} \right), \qquad (2)$$

где m_s — масса бензойной кислоты, кг;

ρ_a — плотность атмосферного воздуха, которую для обычных лабораторных условий принимают равной 1,20 кг/м³;

ρ_s — плотность брикетированной эталонной бензойной кислоты, равная $1{,}32 \cdot 10^3$ кг/м³;

ρ_w — плотность материала гирь, используемых для взвешивания (для латуни $\rho_w = 8{,}8 \cdot 10^3$ кг/м³, для алюминия $\rho_w = 2{,}6 \cdot 10^3$ кг/м³).

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

$$\Delta t = [(t_n + h_n) - (t_0 + h_0)] + \delta + c, \qquad (3)$$

где t_n и t_0 — конечная и начальная температуры главного периода, °С;

h_n и h_0 — поправки на калибровку термометра при температурах t_n и t_0 соответственно, °С;

δ — температурная поправка на теплообмен калориметра с окружающей средой, °С;

c — температурная поправка на выступающий столбик ртути, °С, рассчитывается по формуле (5).

Допускается не вводить поправку на калибровку термометра, если определение теплоты сгорания испытуемых образцов топлив проводят в том же интервале температур, что и определение теплоемкости калориметра.

4.1.4. Поправку на теплообмен калориметра с окружающей средой (δ) в градусах Цельсия вычисляют по формуле

$$\delta = K\left(\frac{t_0 + t_n}{2} + \sum_{1}^{n-1} t_i - nQ_n\right) + nV_n, \qquad (4)$$

где

$K = \dfrac{V_n - V_0}{Q_n - Q_0}$ — константа охлаждения калориметра;

$V_0 = \dfrac{t' - t_0}{n_0}$ и $V_n = \dfrac{t_n - t''}{n_n}$ — средние скорости изменения температуры (температурный ход) в начальном и конечном периодах соответственно, °С, за полминутный промежуток;

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

t_i — значения температуры калориметра при некотором промежуточном отсчете в главном периоде;

t' и t'' — начальная температура начального периода и конечная температура конечного периода соответственно, °С;

n_0, n и n_n — число полуминутных отсчетов в начальном, главном и конечном периодах соответственно.

В тех случаях, когда в начале главного периода во время наиболее быстрого подъема температуры производят 8 отсчетов через 15 с, то величину $\sum_{1}^{n-1} t_i$ для формулы (4) определяют сложением двух сумм:

$$\sum_{1}^{n-1} t_i = \frac{1}{2}\sum_{1}^{8} t_i + \sum_{5}^{n-1} t_i,$$

где 8 отсчетов через 15 с соответствуют 4 полуминутным отсчетам.

Если сумму $\sum_{1}^{n-1} t_i$ вычисляют указанным способом, то этот метод следует применять при определении теплоемкости калориметра и теплоты сгорания топлив.

Если точность определения теплоты сгорания $\pm 1\%$ не требуется (например, при производстве котельных топлив), допускается производить расчет поправки на теплообмен и по другим формулам.

4.1.5. Поправку на выступающий столбик ртути (c) в градусах термометра вычисляют по формуле

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

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_a совпадает со средней температурой выступающего столбика ртути).

4.1.6. Теплоемкость калориметра (ε) устанавливают как средний результат 6 измерений, проведенных в течение 3 дней с погрешностью среднего результата $\bar{C}$, рассчитываемого по формуле

$$\varepsilon = t_{\alpha k}\sqrt{\frac{\varepsilon\,(C_i - C)^2}{K\,(K-1)}}, \qquad (6)$$

где

$\bar{C} = \frac{\sum_{1}^{k} C_i}{K}$ — среднее арифметическое значение результатов определения;

$t_{\alpha k} = 2{,}57$ — коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности 0,95 и числе испытаний $K = 6$.

Результаты определения теплоемкости калориметра считаются удовлетворительными и установленное значение $C=C_к$ используют в дальнейшем при определении теплоты сгорания топлив, если при соблюдении условий испытания относительная погрешность среднего значения $\bar{C}=C_к$, вычисляемая по формуле

$$\delta = \frac{\varepsilon}{C_к} \cdot 100\%,$$

не превышает $\pm 0{,}1\%$, а отклонение отдельного измерения C от среднего результата не превышает $\pm 0{,}2\%$. В противном случае цикл определения $C_к$ повторяют при более тщательном соблюдении всех условий испытаний.

4.2. Вычисление теплоты сгорания пленки

4.2.1. Теплоту сгорания пленки (Q_4) в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$Q_4 = \frac{C_к \Delta t - Q_2 m_2 - Q_3 V - Q_5 m_5}{m_4}, \qquad (7)$$

где $C_к$ — теплоемкость калориметра, кДж/град;

Δt — исправленный подъем температуры в опыте, вычисляемый по формуле (3);

Q_5 — теплота сгорания хлопчатобумажной нити, кДж/кг;

m_5 — масса хлопчатобумажной нити, кг;

m_4 — масса пленки, кг.

4.2.2. Теплоту сгорания пленки вычисляют как среднее арифметическое не менее трех измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

4.3. Вычисление удельной теплоты сгорания испытуемых топлив

4.3.1. Теплоту сгорания топлив (Q_b) в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$Q_b = \frac{C_к \Delta t - Q_4 m_4 - Q_2 m_2}{m_0}, \qquad (8)$$

где m_0 — масса испытуемого образца, кг.

Теплоту сгорания топлив по бомбе следует определять последовательно на каждой пробе. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух измерений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 130 кДж/кг.

При получении расхождений, превышающих указанные, проводят третье измерение и за результат испытания принимают среднее арифметическое двух измерений, результаты которых в пределах допускаемых расхождений. Если результат третьего измерения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к каждому из двух предыдущих измерений, то за результат определения (испытания) принимают среднее арифметическое трех измерений.

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

$$m_0 = m + 1{,}2\left(\frac{m}{\rho} - \frac{m}{\rho_w}\right), \quad (9)$$

где m — масса топлива, кг;

1,2 — плотность атмосферного воздуха при комнатной температуре, кг/м³;

ρ — плотность испытуемого топлива, кг/м³, определяют по ГОСТ 3900—47;

ρ_w — плотность материала гирь, используемых для определения массы образца, кг/м³.

4.3.3. Исправленный подъем температуры в опыте вычисляют по формуле (3).

4.3.4. Высшую теплоту сгорания (Q_s^a) испытуемых топлив в килоджоулях на килограмм вычисляют введением в полученное значение теплоты сгорания по бомбе Q_b поправок на кислотообразование и на приведение полученных данных к стандартным условиям

$$Q_s^a = Q_b - (91{,}2S + Q_3\overline{V}) + \Delta Q_s, \quad (10)$$

где 91,2 — 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 — массовая доля серы в продукте, %, определенная по ГОСТ 19121—73 или ГОСТ 1437—75, или ГОСТ 3877—49;

$\overline{V}$ — среднее значение объема раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованного на титрование смыва бомбы при определении теплоемкости калориметра, см³.

Значения поправок ΔQ_s, необходимых для получения из результатов калориметрического опыта значений высшей теплоты сгорания топлив в стандартных условиях, приведены в табл. 2.

Таблица 2

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

Высшую теплоту сгорания топлив, не содержащих серу (Q_s^a) в килоджоулях на килограмм вычисляют по формуле

$$Q_s^a = \frac{C_к \Delta t - Q_4 m_4 - Q_2 m_2 - Q_3 V}{m_0} + \Delta Q_s. \quad (11)$$

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

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

где 24,42 — теплота парообразования в стандартных условиях из расчета на 1% выделившейся воды, кДж/кг;

8,94 — коэффициент пересчета массовой доли водорода в воде;

H — массовая доля водорода в испытуемом продукте, %, по ГОСТ 2408.1—75 или ГОСТ 6389—81, или п. 4.3.6 (допускается определять методом элементарного анализа);

W — массовая доля воды в испытуемом продукте, %, по ГОСТ 2477—65 (как правило, учитывается в тяжелых топливах).

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

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

$$H = (0{,}001121 \cdot Q_s^a - 37{,}6) \text{ — для котельных топлив.} \quad (14)$$

4.4. При необходимости вычисления 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—47.

Пример расчета удельной теплоты сгорания нефтепродуктов приведен в рекомендуемом приложении 2.

Разд. 4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Повторяемость

Два результата определений, полученные последовательно одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 130 кДж/кг (31 ккал/кг).

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 445 кДж/кг (106 ккал/кг).

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1. Высшая удельная теплота (энтальпия) сгорания Q_s^a является мерой химической энергии, содержащейся в топливе.

Высшая теплота сгорания — количество теплоты, выделившейся в идеальном процессе сгорания единицы массы топлива (содержащего только углерод, водород, кислород, азот и серу) в атмосфере кислорода, когда продуктами сгорания являются газообразные двуокись углерода (CO_2), азот (N_2), двуокись серы (SO_2) и вода (H_2O) в жидком состоянии. При этом как исходные вещества, так и продукты сгорания находятся в стандартных условиях.

2. Низшая удельная теплота сгорания Q_i^a характеризует предельное количество химической энергии топлива, которое может быть использовано при сжигании топлива в тепловой машине (двигателе).

Значение низшей теплоты сгорания меньше значения высшей теплоты сгорания топлива на величину теплоты испарения воды, выделенной и образованной из топлива в процессе сгорания.

3. Объемная теплота сгорания — количество теплоты, выделившейся при сгорании единицы объема топлива. Объемную теплоту сгорания Q_v^a рассчитывают умножением удельной теплоты сгорания на плотность топлива при 25° С.

4. Стандартные условия. В настоящем стандарте за стандартные условия принимают давление $P=101325$ Па (1 атм) и температуру $T=298{,}16$ К (25° С).

5. Сравнительный метод в калориметрии заключается в проведении градуировки калориметра путем эмпирического определения эффективной теплоемкости данного калориметра с помощью эталона (бензойной кислоты) и проведении калориметрических испытаний по сжиганию эталона и испытуемого вещества практически в аналогичных условиях.

6. Эффективная теплоемкость калориметрической системы (далее — теплоемкость калориметра) — количество теплоты, необходимое для подъема температуры калориметрической системы на 1° С при температуре 25° С.

7. Изотермический метод — наиболее широко распространенный метод определения теплоты сгорания, при котором температура воды в течение испытания поддерживается постоянной.

8. Калориметрическая система — условная область калориметра, основными частями которой являются калориметрический сосуд с находящейся в нем водой, калориметрическая бомба с ее содержимым, а также термометр, мешалка и нагреватель, размещенные в калориметрическом сосуде.

9. Константа охлаждения калориметра — коэффициент пропорциональности, представляющий собой изменение температуры калориметра за единицу времени при разности температур калориметра и оболочки в 1° С.

Приложение 1 (Измененная редакция, Изм. № 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ПРИМЕРЫ ЗАПИСИ ПРОТОКОЛОВ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ И ВЫЧИСЛЕНИЙ

Калориметр жидкостный с изотермической оболочкой.

Термометр калориметрический ртутный постоянного наполнения с интервалом измерения температуры 24—28° С и ценой наименьшего деления 0,01° С.

1. Определение теплоемкости калориметра

1.1. Регистрация температуры калориметра в градусах Цельсия:

Номера отсчетов		Начальный период	Номера отсчетов		Начальный период	Номера отсчетов		Главный период	
п/п	n_0		п/п	n_0		п/п	n		
1		24,915	13	9	24,965	25		25,060	Измерения через 15 с
2		24,920	14	10	24,969	26	1	25,560	
3		24,924	15	11	24,972	27		26,110	
4		24,928	16	12	24,976	28	2	26,390	
5	1	24,932(t')	17	13	24,979	29		26,545	
6	2	24,936	18	14	24,982	30	3	26,640	
7	3	24,940	19	15	24,985	31		26,705	
8	4	24,944	20	16	24,988	32	4	26,752	
9	5	24,948	21	17	24,992				
10	6	24,952	22	18	24,995	33	5	26,818	
11	7	24,956	23	19	24,998	34	6	26,860	
12	8	24,960	24	20	24,001(t_0)	35	7	26,884	

Продолжение

Номера отсчетов		Главный период	Номера отсчетов		Конечный период	Номера отсчетов		Конечный период
п/п	n		п/п	n_n		п/п	$n_{n'}$	
36	8	26,902	53	1	26,962	65	13	26,972
37	9	26,917	54	2	26,963	66	14	26,973
38	10	26,926	55	3	26,964	67	15	26,974
39	11	26,933	56	4	26,964	68	16	26,975
40	12	26,938	57	5	26,965	69	17	26,975
41	13	26,942	58	6	26,966	70	18	26,976
42	14	26,945	59	7	26,967	71	19	26,977
43	15	26,947	60	8	26,968	72	20	26,978(t'')
44	16	26,949	61	9	26,968			
45	17	26,951	62	10	26,969			
46	18	26,953	63	11	26,970			
47	19	26 954	64	12	26,971			
48	20	26,956						
49	21	26,957						
50	22	26,959						
51	23	26,960						
52	24	26,961(t_n)						

1.2. Исходные данные

Температура оболочки калориметра $t_{об} = (27{,}775 \pm 0{,}05)$°С.

Масса воды в калориметрическом сосуде $(2{,}5000 \pm 0{,}0002)$ кг:

$m_к = 0{,}8649 \cdot 10^{-3}$ кг; $m_2 = 0{,}0061 \cdot 10^{-3}$ кг;

$Q_1 = 26434$ кДж/кг; $Q_3 = 5{,}8 \cdot 10^{-3}$ кДж/см^3;

$Q_2 = 7500$ кДж/кг; $V = 4{,}8$ см^3;

$t_a' = 23$° С; $t_a'' = 23{,}1$ °С.

$t_0 = 25{,}001$ °С;

$t_n = 26{,}961$ °С.

1.3. Расчет теплоемкости калориметра

1.3.1. Масса бензойной кислоты (в вакууме)

$$m_1 = 0{,}8649 \cdot 10^{-3} + 1{,}20 \left(\frac{0{,}8649 \cdot 10^{-3}}{1{,}32 \cdot 10^3} - \frac{0{,}8649 \cdot 10^{-3}}{8{,}8 \cdot 10^{-3}} \right) = 0{,}8653 \cdot 10^{-3}.$$

1.3.2. Средние скорости изменения температуры в начальном и конечном периодах

$$V_0 = \frac{24{,}932 - 25{,}001}{20} = -0{,}00345;$$

$$V_n = \frac{26{,}961 - 26{,}978}{20} = -0{,}00085.$$

1.3.3. Средние температуры в начальном и конечном периодах

$$\Theta_0 = \frac{24{,}932 + 25{,}001}{2} = 24{,}9665;$$

$$\Theta_n = \frac{26{,}931 + 26{,}978}{2} = 26{,}9695.$$

1.3.4. Константа охлаждения калориметра

$$K = \frac{-0{,}00085 - (-0{,}00345)}{26{,}9695 - 24{,}9665} = \frac{0{,}00260}{2{,}0030} = 0{,}00130.$$

1.3.5. Поправка на теплообмен:

$$\left(\frac{1}{2} \sum_{1}^{8} t_l^{15} + \sum_{s}^{n-1} t_l \right) = 104{,}881 + 512{,}551 = 617{,}432;$$

$$\vartheta = 0{,}00130 \left(\frac{25{,}001 + 26{,}961}{2} + 617{,}432 - 24 \cdot 26{,}9695 \right) - 24 \cdot 0{,}00085 = -0{,}0254.$$

1.3.6. Поправка на выступающий столбик ртути

$$c = 16 \cdot 10^{-5} \cdot 27{,}0\,(27{,}0 - 23{,}1) - 25{,}0\,(25{,}0 - 23) = 0{,}0089.$$

При вычислении поправки (c) значения t_0 и t_n допускается брать с округлением до 0,1° С.

1.3.7. Исправленный подъем температуры в опыте

$$\Delta t = 26{,}961 - 25{,}001 - 0{,}0254 + 0{,}0089 = 1{,}9435.$$

1.3.8. Теплоемкость калориметра

$$C=\frac{26434\cdot 0{,}8653\cdot 10^{-3}+7500\cdot 0{,}0061\cdot 10^{-3}+5{,}8\cdot 10^{-3}\cdot 4{,}8}{1{,}9435}=11{,}807 \text{ кДж/град.}$$

1.3.9. Среднее значение теплоемкости калориметра (в серии из 6 измерений), кДж/град, и погрешность полученного результата:

K_i	C_i	(C_i-C)	$(C_i-\overline{C})^2$
1	11,807	0,006	0,000036
2	11,797	−0,004	0,000016
3	11,802	0,001	0,000001
4	11,785	−0,016	0,000256
5	11,803	−0,002	0,000007
6	11,810	0,009	0,000081

$$\overline{C}=\frac{\Sigma C_i}{K}=\frac{70{,}806}{6}=11{,}801;\quad \sum_i (C_i-\overline{C})^2=0{,}000394;$$

$$\varepsilon\delta=2{,}57\sqrt{\frac{0{,}000394}{6\cdot 5}}=\pm 0{,}009;$$

$$\delta=\pm\frac{0{,}009\cdot 100}{11{,}801}=\pm 0{,}08\%.$$

2. Определение удельной теплоты сгорания образца реактивного топлива

2.1. Регистрация температуры калориметра в градусах Цельсия

Номера отсчетов		Начальный период	Номера отсчетов		Начальный период	Номера отсчетов		Главный период	
п/п	n_0		п/п	n_0		п/п	n		
1		24,898	21	13	24,973	29		25,150	измерения через 15 с
2		24,902	22	14	24,977	30	1	25,840	
3		24,906	23	15	24,981	31		26,270	
4		24,910	24	16	24,985	32	2	26,520	
5		24,914	25	17	24,988	33		26,650	
6		24,918	26	18	24,992	34	3	26,735	
7		24,921	27	19	24,995	35		26,800	
8		24,925	28	20	24,999(t_0)	36	4	26,840	
9	1	24,929(t')				37	5	26,899	
10	2	24,933				38	6	26,940	
11	3	24,937				39	7	26,963	
12	4	24,940				40	8	26,978	
13	5	24,944				41	9	26,989	
14	6	24,948				42	10	26,997	
15	7	24,952				43	11	27,003	
16	8	24,956				44	12	27,008	
17	9	24,959				45	13	27,011	
18	10	24,963				46	14	27,015	
19	11	24,967				47	15	27,018	
20	12	24,970				48	16	27,020	

Продолжение

Номера отсчетов		Главный период	Номера отсчетов		Конечный период
п/п	n		п/п	n_n	
49	17	27,021	57	1	27,030
50	18	27,022	58	2	27,031
51	19	27,023	59	3	27,032
52	20	27,024	60	4	27,033
53	21	27,026	61	5	27,034
54	22	27,027	62	6	27,035
55	23	27,028	63	7	27,036
56	24	27,029(t_n)	64	8	27,036
			65	9	27,037
			66	10	27,038
			67	11	27,038
			68	12	27,039
			69	13	27,039
			70	14	27,040
			71	15	27,041
			72	16	27,042
			73	17	27,043
			74	18	27,043
			75	19	27,044
			76	20	27,045(t'')

2.2. Исходные данные

Температура оболочки калориметра $t_{об} = (27{,}775 \pm 0{,}005)$ °С.

Масса воды в калориметрическом сосуде (2,5000±0,002) кг.

$C_к = 11{,}801$ кДж/град; $m = 0{,}5036 \cdot 10^{-3}$ кг;

$Q_4 = 22930$ кДж/кг; $m_4 = 0{,}0252 \cdot 10^{-3}$ кг;

$Q_2 = 7500$ кДж/кг; $m_2 = 0{,}0059 \cdot 10^{-3}$ кг;

$t_a' = 19{,}4$ °С; $t_a'' = 19{,}6$ °С;

$t_0 = 24{,}999$ °С; $t_n = 27{,}029$ °С;

$\rho_4^{20} = 0{,}790 \cdot 10^3$ кг/м^3 $\rho_4^{25} = 0{,}7865 \cdot 10^3$ кг/м^3;

$$S = 0{,}08\%.$$

2.3. Расчет удельной теплоты сгорания топлива

2.3.1. Масса образца

$$m_0 = 0{,}5036 \cdot 10^{-3} + 1{,}2\left(\frac{0{,}5036 \cdot 10^{-3}}{0{,}790 \cdot 10^3} - \frac{0{,}5036 \cdot 10^{-3}}{8{,}8 \cdot 10^3}\right) = 5043 \cdot 10^{-3}.$$

2.3.2. Средние скорости изменения температуры в начальном и конечном периодах

$$V_0 = \frac{24,929 - 24,999}{20} = -0,00350;$$

$$V_n = \frac{27,029 - 27,045}{20} = -0,00080.$$

2.3.3. Средние температуры в начальном и конечном периодах

$$Q_0 = \frac{24,929 + 24,999}{2} = 24,964;$$

$$Q_n = \frac{27,029 + 27,045}{2} = 27,037.$$

2.3.4. Константа охлаждения калориметра

$$K = \frac{-0,00080 - (-0,00350)}{2,073} = 0,00130.$$

2.3.5. Поправка на теплообмен

$$\left(\frac{1}{2}\sum_{1}^{8} t_i^{15} + \sum_{5}^{n-1} t_i\right) = 105,4025 + 513,012 = 618,4145;$$

$$\vartheta = 0,00130\left(\frac{24,999 + 27,029}{2} + 618,4145 - 24 \cdot 27,037\right) - 24 \cdot 0,00080 = -0,0249.$$

2.3.6. Поправка на выступающий столбик ртути

$$c = 16 \cdot 10^{-5}[27,0\,(27,0 - 19,6) - 25,0\,(25,0 - 19,4)] = 0,0096.$$

2.3.7. Исправленный подъем температуры в опыте

$$\Delta t = 27,029 - 24,999 - 0,0249 + 0,0096 = 2,0147.$$

2.3.8. Теплота сгорания по бомбе

$$Q_b = \frac{11,801 \cdot 2,0147 - 22930 \cdot 0,0252 \cdot 10^{-3} - 7500 \cdot 0,0059 \cdot 10^{-3}}{0,5043 \cdot 10^{-3}} =$$

$$= \frac{23,1531}{0,5043 \cdot 10^{-3}} = 45909 \text{ кДж/кг}.$$

2.3.9. Результат второго измерения $Q_b = 45943$ кДж/кг.

2.3.10. Среднее арифметическое двух измерений

$$\overline{Q_b} = \frac{45909 + 45943}{2} = 45926 \text{ кДж/кг}.$$

2.3.11. Теплота сгорания высшая

$$Q_s^a = 45926 - (91{,}2 \cdot 0{,}08 + 5{,}8 \cdot 10^{-3} \cdot 5{,}6) + 67 = 45953 \text{ кДж/кг}.$$

2.3.12. Содержание водорода в топливе

$$H = (0{,}001195 \cdot 45953) - 41{,}4 = 13{,}50\%.$$

2.3.13. Теплота сгорания низшая

$$Q_i^a = 45953 - (24{,}42 \cdot 8{,}94 \cdot 13{,}50) = 43005 \text{ кДж/кг}.$$

2.3.14. Определение доверительного интервала полученных результатов (погрешность калориметрического опыта при установлении теплоемкости калориметра $\pm 0{,}08\%$).

$$Q_s^a = 45953 \pm (0{,}0008 \cdot 45953) = (45953 \pm 37) \text{ кДж/кг};$$

$$Q_i^a = 43005 \pm (0{,}0009 \cdot 45953) = (43005 \pm 41) \text{ кДж/кг}.$$

2.3.15. Объемная низшая теплота сгорания

$$Q_v^a = 43005 \cdot 0{,}7865 \cdot 10^3 = (33823 \pm 42) \cdot 10^3 \text{ кДж/м}^3.$$
(низш.)

Приложение 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).
Приложение 3. (Исключено, Изм. № 1).

СОДЕРЖАНИЕ

Общие методы испытаний

ГОСТ	14921—78	Газы углеводородные сжиженные. Методы отбора проб	3
ГОСТ	15823—70	Масла и смазки. Метод определения давления насыщенных паров	11
ГОСТ	4333—48	Масла и темные нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле	19
ГОСТ	981—75	Масла нефтяные. Метод определения стабильности против окисления	25
ГОСТ	11257—65	Масла нефтяные. Определение стабильности энергетических масел по статическому методу	34
ГОСТ	19199—73	Масла смазочные. Метод определения антикоррозионных свойств	40
ГОСТ	11851—85	Нефть. Метод определения парафина	45
ГОСТ	14203—69	Нефть и нефтепродукты. Диэлькометрический метод определения влажности	58
ГОСТ	11011—85	Нефть и нефтепродукты. Метод определения фракционного состава в аппарате АРН-2	65
ГОСТ	2517—85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	90
ГОСТ	1510—84	Нефть и нефтепродукты. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение	121
ГОСТ	11362—76	Нефтепродукты. Метод определения числа нейтрализации потенциометрическим титрованием	159
ГОСТ	1431—85	Нефтепродукты и присадки. Метод определения серы хроматным способом	177
ГОСТ	6370—83	Нефть, нефтепродукты и присадки. Метод определения механических примесей	184
ГОСТ	21261—75	Нефтепродукты. Метод определения удельной теплоты сгорания	190
ГОСТ	2477—65	Нефтепродукты. Метод определения содержания воды	217
ГОСТ	6307—75	Нефтепродукты. Метод определения наличия водорастворимых кислот и щелочей	224
ГОСТ	7163—84	Нефтепродукты. Метод определения вязкости автоматическим капиллярным вискозиметром	229

ГОСТ 1461—75 Нефть и нефтепродукты. Метод определения зольности 241
ГОСТ 33—82 Нефтепродукты. Метод определения кинематической и расчет динамической вязкости 248
ГОСТ 5985—79 Нефтепродукты. Метод определения кислотности и кислотного числа 259
ГОСТ 6258—85 Нефтепродукты. Метод определения условной вязкости 267
ГОСТ 19932—74 Нефтепродукты. Метод определения коксуемости по Конрадсону 274
ГОСТ 8852—74 Нефтепродукты. Метод определения коксуемости на аппарате типа ЛКН-70 279
ГОСТ 6793—74 Нефтепродукты. Метод определения температуры каплепадения 283
ГОСТ 2177—82 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава 287
ГОСТ 2667—82 Нефтепродукты светлые. Метод определения цвета . 312
ГОСТ 20284—74 Нефтепродукты. Метод определения цвета на колориметре ЦНТ 314
ГОСТ 20287—74 Нефтепродукты. Методы определения температуры застывания 318
ГОСТ 4255—75 Нефтепродукты. Метод определения температуры плавления по Жукову 326
ГОСТ 8674—58 Нефтепродукты. Определение фракционного состава методом испарения 330
ГОСТ 8997—59 Нефтепродукты светлые. Метод определения бромных чисел (массовой доли непредельных углеводородов) электрометрическим способом 335
ГОСТ 10577—78 Нефтепродукты. Метод определения содержания механических примесей 343
ГОСТ 10364—63 Нефтепродукты темные. Определение содержания ванадия методом колориметрирования 353
ГОСТ 1437—75 Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения содержания серы 357
ГОСТ 3877—49 Нефтепродукты тяжелые. Метод определения содержания серы сжиганием в калориметрической бомбе . 365
ГОСТ 26378.0—84 Нефтепродукты отработанные. Общие требования к методам испытания 374
ГОСТ 26378.1—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения воды 376
ГОСТ 26378.2—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения механических примесей и загрязнений 381
ГОСТ 26378.3—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения условной вязкости 383
ГОСТ 26378.4—84 Нефтепродукты отработанные. Метод определения температуры вспышки в открытом тигле 386

ГОСТ 11858—66 Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания асфальтово-смолистых веществ 388

ГОСТ 5211—85 Смазки пластичные. Метод определения массовой доли мыл, минерального масла и высокомолекулярных органических кислот 396

ГОСТ 6479—73 Смазки пластичные. Метод определения содержания механических примесей разложением соляной кислотой 402

ГОСТ 9127—59 Смазки пластичные. Методы определения вязкости и предела прочности пластовискозиметром 406

ГОСТ 26581—85 Смазки пластичные. Метод определения эффективной вязкости на ротационном вискозиметре 415

НЕФТЕПРОДУКТЫ

Методы испытаний

Часть 1

Редактор *С. И. Бобарыкин*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *А. П. Якуничкина*

Сдано в наб. 28.10.86. Подп. в печ. 13.05.87. Формат 60×90$^{1}/_{16}$. Бумага книжно-журнальная. **Гарнитура** литературная. Печать высокая. 26,5 усл. п. л. 26,75 усл. кр.-отт. 24,80 уч.-изд. л. **Тираж** 10000 экз. Зак. 3234. Цена 1 р. 40 к. Изд. № 9024/2.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов,
123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3

Великолукская городская типография управления издательств,
полиграфии и книжной торговли Псковского облисполкома,
182100, г. Великие Луки, ул. Полиграфистов, 78/12

gost.e-ecolog.ru