ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.789— 2012

Государственная система обеспечения единства измерений

КАЛОРИМЕТРЫ СЖИГАНИЯ С БОМБОЙ

Методика поверки

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2012 г. № 1235-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

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 Сокращения и обозначения . . . 2
4 Операции поверки . . . 2
5 Средства поверки . . . 3
6 Условия поверки и требования безопасности . . . 3
7 Подготовка к поверке . . . 4
7.1 Определение энергетического эквивалента . . . 4
7.2 Подготовка реактивов, лабораторной посуды и материалов . . . 4
8 Проведение поверки . . . 4
8.1 Внешний осмотр . . . 4
8.2 Определение удельной энергии сгорания эталонной меры — ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3» . . . 4
9 Обработка результатов измерений . . . 5
10 Оценка работы калориметра . . . 6
11 Оформление результатов поверки . . . 6
Приложение А (обязательное) Нормированные метрологические характеристики калориметров различных типов . . . 8
Приложение Б (справочное) Перечень лабораторной посуды, реактивов и материалов, применяемых при поверке . . . 9
Приложение В (обязательное) Пример расчета энергетического эквивалента для неавтоматизированных калориметров . . . 11
Приложение Г (справочное) Пример протокола обработки результатов измерений энергетического эквивалента . . . 12
Приложение Д (обязательное) Форма протокола поверки . . . 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

КАЛОРИМЕТРЫ СЖИГАНИЯ С БОМБОЙ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. The bomb calorimeters. The method of the verification

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все типы калориметров сжигания с бомбой (далее — калориметры) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Нормированные метрологические характеристики калориметров приведены в приложении А.

Предел допускаемой относительной погрешности (или относительная расширенная неопределенность) определения энергетического эквивалента калориметра типа МХ 1 — 0,1 %.

Предел допускаемой относительной погрешности калориметра типа МХ 2 — 0,1 % и 0,2 %.

Предел допускаемого относительного среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности калориметра типа МХ 2 — 0,05 % и 0,1 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.395—80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 949—73 Баллоны малого и среднего объема для газов на $P_p \leq 19{,}6$ МПа (200 кгс/см^2). Технические условия

ГОСТ 2179—75 Проволока из никеля и кремнистого никеля. Технические условия

ГОСТ 2405—88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5307—77 Проволока константановая неизолированная. Технические условия

ГОСТ 5583—78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6309—93 Нитки швейные хлопчатобумажные и синтетические. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8505—80 Нефрас-С 50/170. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 15150—69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18389—73 Проволока из платины и ее сплавов. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сокращения и обозначения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ГСО — государственный стандартный образец;

МХ — метрологические характеристики;

НД — нормативный документ;

СИ — средство измерений;

СКО — среднеквадратичное отклонение;

ЭМ — эталонная мера.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие обозначения:

K — коэффициент, зависящий от соотношения случайной и неисключенной систематической погрешностей;

N — число измерений;

P — доверительная вероятность;

r — предел повторяемости;

S — СКО случайной составляющей погрешности калориметра;

S_0 — относительное СКО случайной составляющей погрешности калориметра;

$S_{нормир}$ — предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности калориметра, отвечающий условию нормирования (из «Описания типа СИ»);

$q_{ЭМ}$ — удельная энергия сгорания эталонной меры — ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3», составляющая 26454 кДж/кг;

q_i — i-й результат измерения удельной энергии сгорания;

$\overline{q}$ — среднеарифметическое значение результата измерений удельной энергии сгорания;

$\Theta_{ЭМ}$ — доверительные границы (при $P = 0{,}95$) погрешности эталонной меры удельной энергии сгорания (ГСО 5504—90), составляющие ±5 кДж/кг;

δ — погрешность калориметра;

δ_0 — относительная погрешность калориметра;

$\Delta_{ЭМ0} = \frac{\Theta_{ЭМ}}{q_{ЭМ}} 100\ \%$ — доверительные границы (при $P = 0{,}95$) относительной погрешности эталонной меры, составляющие ±0,02 %.

4 Операции поверки

При проведении поверки выполняют следующие операции:

- внешний осмотр калориметра и калориметрической бомбы (8.1);
- измерение удельной энергии сгорания эталонной меры — ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3» (8.2).

Поверку прекращают, если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат.

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Средства поверки и их технические и/или метрологические характеристики

Средство поверки	Основные технические и/или метрологические характеристики
Эталонная мера — ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3»	Удельная энергия сгорания (26454 ± 5) кДж/кг; молярная доля основного компонента — не менее 99,99 %
Лабораторные или аналитические весы	Наибольший предел взвешивания 200 г; предел допускаемой погрешности взвешивания: 0,3 мг
Баллоны малого и среднего объема для газов	$p \leq 19{,}6$ МПа по ГОСТ 949

5.2 При проведении поверки используют вспомогательные средства, приведенные в приложении Б.

5.3 Средства поверки и СИ, входящие в комплект калориметра, должны иметь действующие свидетельства о поверке.

5.4 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 1, но обеспечивающих определение МХ калориметра с требуемой точностью.

6 Условия поверки и требования безопасности

6.1 Калориметр поверяют на месте эксплуатации.

6.2 При проведении поверки соблюдают нормальные условия в соответствии с требованиями ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха — от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность окружающего воздуха — (60 ± 20) %;
- напряжение питания переменного тока — 220 (–15 % .....+10 % отн.) В;
- частота — (50 ± 1) Гц.

6.3 При проведении поверки должны отсутствовать вибрация, тряска, удары; приборы и установки, интенсивно излучающие тепло и создающие потоки воздуха.

6.4 Калориметр защищают от прямого воздействия солнечных лучей.

6.5 Требования техники безопасности

6.5.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности, установленные в руководстве по эксплуатации на калориметр конкретного типа.

6.5.2 Калориметр должен быть заземлен.

6.5.3 При поверке используют кислород, полученный методом глубокого охлаждения атмосферного воздуха. Категорически воспрещается использовать кислород, полученный путем электролиза воды.

6.5.4 При работе с кислородом под давлением соблюдают правила [1] и требования ГОСТ 949. Инструкция по технике безопасности должна быть вывешена на месте эксплуатации.

6.5.5 Кислородный редуктор высокого давления с манометрами должен иметь паспорт предприятия-изготовителя с отметкой годности в свидетельстве о приемке. На манометрах редуктора должны быть нанесены надписи «КИСЛОРОД» и «МАСЛООПАСНО».

6.5.6 Калориметрические бомбы должны иметь документ (аттестат, свидетельство или справку), подтверждающий испытания их гидравлическим давлением 10,8 МПа (например, в соответствии с документом [2]).

Испытания дополнительно проводят в случае износа или повреждения резьбы на корпусе и крышке бомбы.

6.5.7 Бомбы после испытания под давлением 10,8 МПа или после случайного загрязнения их, а также перед началом работы с новыми бомбами, даже при отсутствии в них явных следов масла и жира протирают, разбирают и промывают бензином (или ацетоном), этиловым спиртом и дистиллированной водой, затем просушивают.

6.5.8 Пресс-форма в разобранном виде, ключи, а также детали, находящиеся в соприкасании с кислородом, обрабатывают способом, указанным в 6.5.7.

6.5.9 При промывании бомб и пресс-форм бензином и этиловым спиртом обеспечивают приточно-вытяжную вентиляцию.

6.5.10 Запрещается наклоняться над бомбой, заполненной кислородом, и над калориметром в момент зажигания образца.

7 Подготовка к поверке

7.1 Определение энергетического эквивалента

7.1.1 Энергетический эквивалент калориметра — основной параметр калориметра, представляющий собой теплоемкость калориметрической системы. Его определяют как количество энергии, необходимое для изменения температуры этой системы на 1 градус (допускается измерять температуру в условных градусах, в Ом, в мВ и т. п.). Определение энергетического эквивалента равнозначно понятию «градуировка калориметра» (калибровка — для импортных СИ).

Энергетический эквивалент (далее — ЭЭ) определяют в соответствии с руководством по эксплуатации калориметра. Проводят шесть сжиганий сертифицированной бензойной кислоты в каждой калориметрической бомбе.

7.1.2 Обработку результатов измерений для автоматизированных калориметров с процессором или компьютером проводят с использованием математического аппарата калориметра, который позволяет получить на дисплее прибора (или компьютера) значение ЭЭ в каждом калориметрическом опыте.

Значение ЭЭ для неавтоматизированных калориметров типа В-08МА «НМ» вычисляют по приложению В с последующим оформлением протокола в соответствии с приложением Г.

7.2 Подготовка реактивов, лабораторной посуды и материалов

7.2.1 Подготовка ЭМ ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3»:

- высушивают бензойную кислоту в эксикаторе над свежеприготовленным фосфорным ангидридом в течение 24 часов;
- промывают пресс-форму по 6.5.7—6.5.8;
- приготавливают с помощью пресса для каждой бомбы шесть брикетов бензойной кислоты массой (1,00 ± 0,01) г каждый и выдерживают в эксикаторе не менее трех суток до их использования;
- 7.2.2 Подготовка реактивов, посуды:
- подготавливают 0,1 моль/дм^3 раствор гидроксида калия или гидроксида натрия (по ГОСТ 4919.2);
- подготавливают 0,1 %-ный спиртовой раствор метилового красного индикатора (по ГОСТ 4919.1);
- подготавливают стеклянную посуду (см. приложение Б);
- монтируют приспособление для титрования, состоящее из склянки с нижним тубусом вместимостью 1000 см^3 и микробюретки вместимостью 5 см^3;
- подготавливают оборудование для работы с кислородом и монтируют (в случае необходимости) приспособление для наполнения бомбы кислородом;

7.2.3 Выполняют работы, предусмотренные в технической документации на калориметр конкретного типа.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- комплектность и маркировку калориметра в соответствии с паспортом или руководством по эксплуатации,
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность калориметра;
- отсутствие механических повреждений и следов коррозии корпуса, клапанов, гаек, прокладок и штуцеров калориметрической бомбы, препятствующих присоединению и обеспечению герметичности и прочности соединения крышки и корпуса бомбы;
- исправность органов управления, настройки и коррекции, отражающуюся на панели дисплея;
- исправность системы заполнения калориметрических бомб кислородом.

8.1.2 Калориметры, забракованные при внешнем осмотре, дальнейшей поверке не подлежат.

8.2 Определение удельной энергии сгорания эталонной меры — ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3»

8.2.1 Значение энергетического эквивалента, определенное для каждой бомбы в соответствии с 8.1, устанавливают в «Меню» градуировочной характеристики калориметра.

8.2.2 Проводят шесть сжиганий образца ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3» в каждой калориметрической бомбе в соответствии с руководством по эксплуатации калориметра.

Примечание — В корпус бомбы перед каждым калориметрическим опытом наливают 1 см^3 дистиллированной воды (в калориметре фирмы PARR модели 6400 жидкость подается автоматически при промывке). Это обеспечивает условия для измерений высшей энергии сгорания топлива и отвечает стандартным условиям сжигания в бомбе.

9 Обработка результатов измерений

9.1 Получают серию измерений удельной энергии сгорания ЭМ ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3»: $q_1, q_2, q_3, q_4, q_5, q_6$.

Обработку результатов измерений проводят с использованием математического аппарата калориметра, который позволяет получить на дисплее прибора значение удельной энергии сгорания бензойной кислоты. Выводят на дисплей (или монитор) значение СКО случайной составляющей погрешности серии в абсолютной и в относительной форме.

9.2 СКО случайной составляющей погрешности, полученное в серии из шести измерений, рассчитывают по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{1}^{N}(q_i - \overline{q})^2}{N-1}}, \quad (1)$$

где N — число измерений в серии, равное шести;

$\overline{q}$ — среднеарифметическое значение удельной энергии сгорания , рассчитанное по формуле (2)

$$\overline{q} = \frac{\sum_{i=1}^{N} q_i}{N}. \quad (2)$$

Относительное СКО S_0, %, рассчитывают по формуле

$$S_0 = \frac{S}{\overline{q}} \cdot 100. \quad (3)$$

9.3 Находят абсолютное расхождение между результатами двух измерений в первой и во второй паре измерений

$$|q_1 - q_2| \text{ и } |q_3 - q_4|. \quad (4)$$

Абсолютное расхождение между результатами двух измерений в первой и во второй паре измерений сравнивают с пределом повторяемости, который для случая двух измерений вычисляют по формуле

$$r = 2{,}8 S_{\text{нормир}}, \quad (5)$$

где

$$S_{\text{нормир}} = \frac{S_{0,\text{нормир}} \cdot 26454}{100}, \quad (6)$$

где $S_{0,\text{нормир}}$ — предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности калориметра (см. таблицу 2).

Таблица 2 — Нормированные пределы допускаемого СКО случайной составляющей погрешности калориметра и пределы повторяемости

Тип нормируемых метрологических характеристик	Нормируемые метрологические характеристики		Предел допускаемого СКО случайной составляющей погрешности калориметра $S_{0,\text{нормир}}$	Предел повторяемости r
Тип МХ 1	Пределы допускаемой относительной погрешности определения энергетического эквивалента		0,05	37
Тип МХ 2	Пределы допускаемой относительной погрешности калориметра	0,1 %	0,05	37
		0,2 %	0,1	74

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений в первой и во второй паре измерений не превышает предела повторяемости r, то в каждой паре в качестве окончательного результата рассчитывают среднеарифметическое значение результатов двух измерений

$$\overline{q}_1 = \frac{q_1 + q_2}{2} \text{ и } \overline{q}_2 = \frac{q_3 + q_4}{2}. \quad (7)$$

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений в одной из пар измерений превышает предел повторяемости r, то находят абсолютное расхождение между результатами двух измерений в третьей паре измерений

$$|q_5 - q_6| \quad (8)$$

и вновь сравнивают с пределом повторяемости r.

Если расхождение не превышает предельного значения, то рассчитывают окончательный результат для третьей пары как среднеарифметическое значение:

$$\overline{q}_3 = \frac{q_5 + q_6}{2}. \quad (9)$$

10 Оценка работы калориметра

10.1 Погрешность калориметра для каждой из двух пар с приемлемыми результатами измерений рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \overline{q}_i - q_{\text{ЭМ}}. \quad (10)$$

10.2 Относительную погрешность калориметра для двух пар с приемлемыми результатами рассчитывают по формуле

$$\delta_{i,0} = \frac{\overline{q}_i + q_{\text{ЭМ}}}{q_{\text{ЭМ}}} 100. \quad (11)$$

10.3 Работу калориметра оценивают по характеристикам, определяемым по формулам (3) и (11) (см. таблицу 3).

Таблица 3 — Метрологические характеристики для оценки работы калориметра

Тип нормируемых метрологических характеристик	Наименование нормированных МХ		Результат измерений	
			Относительное СКО случайной составляющей погрешности S_0 не должно превышать	Относительная погрешность калориметра $\delta_{i,0}$ для каждой из двух пар не должна превышать
Тип МХ 1	Пределы допускаемой относительной погрешности определения энергетического эквивалента		0,05 %	±0,1 %
Тип МХ 2	Пределы допускаемой относительной погрешности калориметра	0,1 %	0,05 %	±0,1 %
		0,2 %	0,1 %	±0,2 %

10.4 При невыполнении хотя бы одного из условий для соответствующей модели калориметра (в конкретном режиме работы) выявляют и устраняют причины, влияющие на разброс показаний, и проводят новую серию измерений. Если повторная серия не дает удовлетворительного результата, то калориметр признают негодным к применению.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Если калориметр по результатам первичной поверки признан годным к применению, то в паспорте делают отметку о первичной поверке и наносят оттиск поверительного клейма в соответствии с правилами по метрологии [3].

11.2 Результаты поверки вносят в протокол, форма которого приведена в приложении Д.

11.3 На калориметры, признанные годными при периодической поверке, выдают свидетельство о поверке в соответствии с правилами по метрологии [4].

11.4 Если калориметр по результатам поверки признан негодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с правилами по метрологии [3].

11.5 Через квартал после периодической поверки и далее ежеквартально до следующей поверки метрологическая или выполняющая эти функции другая служба предприятия-потребителя проводит контрольные определения энергетического эквивалента. Полученные при этом значения энергетического эквивалента калориметра используют до следующих контрольных определений. Среднеквадратическое отклонение результатов измерений ЭЭ в серии из шести измерений не должно превышать предела допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности калориметра, указанного в таблице А.1 приложения А для калориметра конкретного типа.

При этом заполняют протокол, аналогичный указанному в приложении Д, который утверждает главный инженер предприятия или метролог.

Внеочередные контрольные определения энергетического эквивалента также проводят: при замене частей бомбы, калориметрического сосуда, термометров и т. д.

Приложение А
(обязательное)

Нормированные метрологические характеристики калориметров различных типов

Таблица А.1 — Нормированные метрологические характеристики калориметров различных типов, внесенных в Государственный реестр средств измерений (на декабрь 2012 г.)

Наименование нормированной МХ	Тип МХ	Значение нормированной МХ	Модель калориметров	Производитель, страна
Пределы допускаемой относительной погрешности (относительная расширенная неопределенность) определения ЭЭ	Тип МХ 1	0,1 %	АБК-1, ТАНТАЛ ТА-5	ЗАО ИНПК «РЭТ», Россия
			В-08 МА «Н», В-08 МА «НМ», В-08 МА «К» и др. модели типа В-08	ТОО «Алматинский завод "Эталон"», Казахстан
Пределы допускаемой относительной погрешности калориметра. Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности калориметра	Тип МХ 2	0,2 %;	С 4000, С 2000, С 5000 (дата выпуска до 01.01 2009)	«IKA-WERKE GmbH & Co KG», Германия
			С 200 (дата выпуска до 01.01.2012)	
		0,1 %	1261, 1266, 6200, 6400	«PARR Instrument Company», США
			АС 350, АС 500, АС 600	«LECO Corporation», США
Пределы допускаемой относительной погрешности калориметра; Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности алориметра	Тип МХ 2	0,1 %	АБК-1В;	ЗАО ИНПК «РЭТ», Россия
			С 2000, С 5000 (дата выпуска с 01.01 2009)	«IKA-WERKE GmbH & Co KG», Германия
		0,05 %	С200 (дата выпуска с 01.01.2012)	

Приложение Б
(справочное)

Перечень лабораторной посуды, реактивов и материалов, применяемых при поверке

Таблица Б.1 — Перечень лабораторной посуды, применяемой при поверке

Наименование	Вместимость, $см^3$	ГОСТ
Колба стеклянная лабораторная	1000	25336
Стакан стеклянный лабораторный	200—250	25336
Мерный цилиндр	500	25336
Микробюретка типа 1	5	29251
Эксикатор диаметром 190 мм	—	25336
Стаканчики стеклянные	—	25336

Перечень реактивов и материалов, применяемых при поверке

1 Кислород газообразный технический или медицинский по ГОСТ 5583.

2 Тигель из жаропрочной нержавеющей стали, хромоникелевого сплава, кварца или платины.

Примечание — Формы и размеры тигля влияют на полноту сгорания навески топлива. Тигли должны быть плоскодонными с плавным, закругленным переходом от дна к стенкам. Для сжигания бензойной кислоты подходит любой из тиглей, предназначенных для сжигания углей. Однако если в таком тигле после испытания обнаруживают сажу, то испытание проводят в легком и неглубоком тигле из платины или хромо-никелевой фольги со следующими размерами: диаметр 15 мм, глубина 7 мм, толщина стенки 0,25 мм.

3 Проволока запальная (любая, см. таблицу Б.2):

Таблица Б.2

Тип проволоки	Диаметр, мм	НД	Удельная энергия сгорания проволоки $q_{пров}$, кДж/кг
Никелевая	0,10—0,20	ГОСТ 2179	3240
Константановая неизолированная мягкая	0,10—0,15	ГОСТ 5307	3140
Медная круглая электротехническая	0,10—0,15	ТУ16.К71-087 [8]	2510
Железная	0,10—0,20		7500
Стальная	0,10—0,20		6690
Хромоникелевая	0,16—0,20		1400
Платиновая	0,06—0,10	ГОСТ 18389	420

4 Нить хлопчатобумажная из белой целлюлозы по ГОСТ 6309 или эквивалентная ей (удельная энергия сгорания хлопчатобумажной нити — в соответствии с информацией фирмы-изготовителя на принадлежности к калориметру).

5 Пинцет для закрепления проволоки для запала на внутренней арматуре бомбы.

6 Редуктор высокого давления для кислорода РК-70 по ГОСТ 15150 с манометрами по ГОСТ 2405.

7 Фосфорный ангидрид по ТУ 6-09-4173 [5] или перхлорид магния безводный по ТУ 6-09-3880 [6] или кальций хлористый по ТУ 6-09-4711 [7].

8 Гидроксид (гидроокись) калия по ГОСТ 24363 или гидроксид (гидроокись) натрия по ГОСТ 4328, раствор 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

9 Индикатор метиловый красный, 0,1 %-ный спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1

10 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

11 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

12 Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

13 Бензин для промышленно-технических целей или нефрас по ГОСТ 8505.

14 Пресс-форма для брикетирования (в случае необходимости).

15 Эталонная мера ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3» должна быть подготовлена к эксперименту в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Значение удельной энергии сгорания, взвешенной в воздухе, принято равным $q_{ЭМ}$ = 26454 кДж/кг.

Приложение В
(обязательное)

Пример расчета энергетического эквивалента для неавтоматизированных калориметров

Для неавтоматизированных калориметров с изотермической оболочкой типа В-08МА «НМ» значение энергетического эквивалента C_i, Дж/К, вычисляют по формуле

$$C_i = \frac{Q_{ЭМ} + Q_{пров} + Q_{нити} + Q_N}{(t_n - t_0 + \Delta h)z} = \frac{Q_{общ}}{\Delta T}, \quad (В.1)$$

где $Q_{общ} = Q_{ЭМ} + Q_{пров} + Q_{нити} + Q_N$ — общая энергия, выделившаяся в бомбе, Дж;

$Q_{ЭМ} = q_{ЭМ} \cdot m_{ЭМ}$ — энергия, выделившаяся при сгорании эталонной меры «Бензойная кислота К-3», Дж;

$q_{ЭМ}$ — удельная энергия сгорания ЭМ «Бензойная кислота К-3», Дж/г;

$m_{ЭМ}$ — масса ЭМ «Бензойная кислота К-3», г;

$Q_{пров} = q_{пров} \cdot m_{пров}$ — энергия, выделившаяся при сгорании запальной проволоки (учитывают в случае, когда для поджига используют сгораемую проволоку), Дж;

$q_{пров}$ — удельная энергия сгорания проволоки, Дж/г;

$m_{пров}$ — масса сгоревшей проволоки, равная разности масс проволоки до и после сжигания, г;

$Q_{нити} = q_{нити} \cdot m_{нити}$ — энергия, выделившаяся при сгорании хлопчатобумажной нити (учитывают в случае, когда для поджига используют нить), Дж;

$q_{нити}$ — удельная энергия сгорания хлопчатобумажной нити, Дж/г;

$m_{нити}$ — масса сгоревшей хлопчатобумажной нити, г;

$Q_N = q_N \cdot V$ — энергия, выделившаяся при образовании и растворении в воде азотной кислоты, Дж;

q_N — энергия образования 1 см^3 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) раствора азотной кислоты, равная 5,8 Дж/см^3, рассчитан из значения молярной энергии образования азотной кислоты;

V — объем точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) раствора гидроксида, израсходованного на титрование, см^3;

$\Delta T = (t_n - t_0 + \Delta h) \cdot z$ — подъем температуры калориметрической системы с учетом поправки на теплообмен, К,

где t_n — показание термометра, соответствующее конечной температуре главного периода в делениях шкалы термометра;

t_0 — показание термометра, соответствующее начальной температуре главного периода в делениях шкалы термометра;

Δh — поправка на теплообмен калориметрической системы с окружающей средой в делениях шкалы термометра;

z — средняя цена деления шкалы термометра.

Поправку на теплообмен калориметра с окружающей средой вычисляют по формуле

$$\Delta h = K_{охл}\left(\frac{t_0 + t_n}{2} + \sum_{i=1}^{i=n-1} t_i - n\theta_n\right) + n\,v_n,$$

где $K_{охл} = \frac{v_n - v_0}{\theta_n - \theta_0}$ — константа охлаждения калориметра;

$v_0 = \frac{t' - t_0}{n_0}$ и $v_n = \frac{t_n - t''}{n_n}$ — средние скорости изменения температуры (температурный ход) в начальном и конечном периодах, соответственно, за полуминутный промежуток, °С/инт;

$\theta_0 = \frac{t' - t_0}{2}$ и $\theta_n = \frac{t'' - t_n}{2}$ — средние температуры начального и конечного периодов, соответственно, °С;

t_i — i-я температура калориметра при некотором промежуточном отсчете в главном периоде, °С;

$\sum_{i=1}^{i=n-1} t_i$ — сумма промежуточных отсчетов значений температуры калориметра в главном периоде, °С;

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

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

Приложение Г
(справочное)

Пример протокола обработки результатов измерений энергетического эквивалента

Калориметр В-08МА
Зав. № 1535, бомба типа 2 № 25
Предприятие-изготовитель: ТОО «Алматинский завод «Эталон»
Дата выпуска _____
Дата поверки _____
Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

Таблица Д.1 — Регистрация температуры калориметра (в вольтах) с применением цифрового вольтметра

Номер измерений	Показание по шкале термометра в периоде		
	начальном	главном	конечном
1	t' = 0,7819	1,4838	2,8719
2	0,7850	2,5092	2,8724
3	0,7881	2,7575	2,8728
4	0,7912	2,8182	2,8733
5	0,7943	2,8404	2,8737
6	0,7974	2,8517	2,8742
7	0,8005	2,8586	2,8748
8	0,8035	2,8626	2,8752
9	0,8067	2,8650	2,8758
10	0,8098	2,8664	2,8768
11	0,8129	2,8674	2,8773
12	0,8160	2,8679	2,8777
13	0,8191	2,8682	2,8783
14	0,8222	2,8684	2,8787
15	0,8253	2,8686	2,8793
16	0,8284	2,8699	2,8799
17	0,8315	2,8690	2,8804
18	0,8346	2,8692	2,8809
19	0,8376	2,8695	2,8816
20	0,8408	2,8697	t'' = 2,8820
21	t_0 = 0,8438	2,8701	
22		2,8703	
23		2,8708	
24		2,8712	
25		t_n = 2,8715	

Расчет значения энергетического эквивалента

Исходные данные для расчетов:
m_1 = 1,1420 г; q_1 = 26454 Дж/г; m_2 = 0,0105 г; q_2 = 3240 Дж/г;
V = 0,46 см^3; q_3 = 5,8 Дж/см^3; z = 1,0114 °С/дел;

M = 4900 г (масса калориметрического сосуда с водой).
Температура оболочки: (27,12 ± 0,03) °С. Температура комнаты: 20,1 °С.
Расчет: $Q_1 = q_1 m_1 = 26454 \cdot 1{,}1420 = 30211{,}4$ Дж;
$Q_2 = q_2 m_2 = 3240 \cdot 0{,}0105 = 34{,}0$ Дж;
$Q_3 = q_3 V = 5{,}8 \cdot 0{,}46 = 2{,}7$ Дж;
$Q = 30211{,}4 + 34{,}0 + 2{,}7 = 30248{,}1$ Дж.
Рассчитывают поправку на теплообмен: n_0 = 21 точка, n = 25 точек, n_n = 20 точек.

$$v_0 = \frac{t' - t_0}{n_0 - 1} = \frac{0{,}7819 - 0{,}8438}{20} = -0{,}003095;$$

$$v_n = \frac{t_n - t''}{n_n} = \frac{2{,}8715 - 2{,}8820}{20} = -0{,}000525;$$

$$\theta_0 = \frac{t' + t_0}{2} = \frac{0{,}7819 - 0{,}8438}{2} = 0{,}81285;$$

$$\theta_n = \frac{t'' - t_n}{2} = \frac{2{,}8715 - 2{,}8820}{2} = 2{,}87675;$$

$$K_{ОХЛ} = \frac{v_n - v_0}{\theta_n - \theta_0} = \frac{-0{,}000525 - (-0{,}003095)}{2{,}87675 - 0{,}81285} = 0{,}001245;$$

$$\frac{t_0 + t_n}{2} = \frac{0{,}8438 + 2{,}8715}{2} = 1{,}85765;$$

$$\sum_{1}^{n-1} t_i = 66{,}8826;$$

$$n\,\theta_n = 25 \cdot 2{,}87675 = 71{,}91875;$$

$$n\,v_n = 25 \cdot (-0{,}000525) = -0{,}013125;$$

$$\Delta h = K_{ОХЛ}\left(\frac{t_0 - t_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} t_i - n\theta_n\right) + n_n = 0{,}00124 \cdot (1{,}85765 + 66{,}8826 - 71{,}91875) - 0{,}013125 = -0{,}0171;$$

$t_n - t_0 = 2{,}8715 - 0{,}8438 = 2{,}0277$; z = 1,0114;

$\Delta t = (t_n - t_0 + \Delta h)z = (2{,}0277 - 0{,}0171) \cdot 1{,}0114 = 2{,}0335$ К;

$$C_i = \frac{Q}{\Delta t} = \frac{30248{,}1}{2{,}0335} = 14875{,}0 \text{ Дж/К}.$$

Приложение Д
(обязательное)

Форма протокола поверки

Калориметр модели _____
Зав. № _____
Дата выпуска _____
Дата поверки _____
Условия поверки: температура окружающего воздуха ____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.
Режим работы калориметра (указать: изопериболический, адиабатический, ...)

Результаты поверки

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты измерений удельной энергии сгорания эталонной меры — ГСО 5504—90 «Бензойная кислота К-3»

Номер измерения	Результаты измерений удельной энергии сгорания, q_i, кДж/кг, для калориметра с бомбой номер	$q_i - q_{i+1}$, кДж/кг	$\bar{q}_i$, кДж/кг	Относительная погрешность, $\delta_{i,0}$, %
1				
2				
3				
4				
5				
6				
Среднеарифметическое значение шести измерений $\bar{q}$, кДж/кг				
S_0, %				
Нормированные значения, не более (см. таблицу 3)			—	

Метрологические характеристики калориметра:

1 Относительное СКО случайной погрешности, %

$$S_0 = \frac{S}{\bar{q}} \cdot 100 = _____ \%, \text{ где } S = \sqrt{\frac{\sum_{1}^{N}(q_i - \bar{q})^2}{N-1}}.$$

2 Относительная погрешность калориметра в двух парах:

$$\delta_{1,0} = \frac{\bar{q}_1 - q_{ЭМ}}{q} \cdot 100 = _____ \%, \text{ и } \delta_{2,0} = \frac{\bar{q}_2 - q_{ЭМ}}{q} \cdot 100 = _____ \%$$

3 Заключение: калориметр пригоден к применению, поскольку отвечает требованиям настоящей методики поверки.

Поверитель _____ _____
подпись инициалы, фамилия

Дата «___» _____20____ г.

Библиография

[1] ПБ 03-576—03 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утверждены постановлением Госгортехнадзора России от 11.06.2003 г. № 91, зарегистрированным Минюстом РФ 19.06.2003 г., рег. № 4776

[2] ПА 400.00 463—2008 Бомбы калориметрические. Программа и методика первичной и периодической аттестации

[3] ПР 50.2.007—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Поверительные клейма

[4] ПР 50.2.006—94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

[5] ТУ 6-09-4173—85 Ангидрид фосфорный

[6] ТУ 6-09-3880—75 Перхлорид магния безводный

[7] ТУ 6-09-4711—81 Кальций хлористый

[8] ТУ16.К71-087—90 Проволока медная круглая электротехническая

УДК 536.6:006.354 ОКС 17.200.10 Т88.5

Ключевые слова: методика поверки, калориметр с бомбой, энергетический эквивалент, удельная энергия сгорания, погрешность, эталонная мера, средство поверки, среднеквадратичное отклонение

Редактор *М.В. Глушкова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Ю.В. Демениной*

Сдано в набор 15.12.2014. Подписано в печать 30.12.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,65. Тираж 59 экз. Зак. 236.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru