Издание официальное

СССР Управление по стандартизации при Госплане Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Нефтепродукты тяжелые МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ	ГОСТ 6712—53 Группа Б09

Настоящий стандарт распространяется на методы определения теплоты сгорания по бомбе, высшей и низшей, тяжелых нефтепродуктов, а также нефтей, не содержащих легколетучих продуктов.

Примечание. Наличие легколетучих продуктов устанавливают по убыли веса на величину более 0,001 *г* при выдерживании навески испытуемого нефтепродукта 0,5 *г* в открытой калориметрической чашечке при температуре 20 ± 3° С в течение 20 *мин*.

I. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ ПО БОМБЕ

1. Метод заключается в сжигании навески нефтепродукта в калориметрической бомбе, в сжатом кислороде, измерении выделившегося при этом количества тепла и вычислении по результатам опыта теплоты сгорания по бомбе ($Q_б^а$).

А. Помещение, аппаратура и реактивы

2. Помещение. Определение теплоты сгорания должно производиться в отдельной комнате, обособленной от прочих лабораторных помещений, защищенной от действия солнечных лучей (по возможности с окнами, выходящими на северную сторону), с малыми колебаниями температуры и влажности воздуха, с возможно высоким потолком, плотными двойными рамами в окнах и плотно закрывающимися дверями.

В комнате для определения теплоты сгорания не должно находиться разогретых муфелей, плиток, зажженных горелок и других интенсивно излучающих тепло и создающих сильные токи воздуха приборов и установок. Во время определения теплоты сгорания отопление и вентиляция помещения не должны давать сильных воздушных течений.

3. При определении теплоты сгорания тяжелых нефтепродуктов применяется следующая аппаратура.

Внесен Министерством электростанций и электропромышленности	Утвержден Управлением по стандартизации 30/IX 1953 г.	Срок введения 1/IV 1954 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

а) Калориметрическая установка (с принадлежностями), состоящая из следующих частей:

Калориметрическая бомба цилиндрической формы, емкостью около 300 *мл*, с двумя вентилями, из нержавеющей и кислотоупорной стали или, что менее желательно, покрытая изнутри огнестойкой и кислотоупорной эмалью. Бомба может применяться как уплотняемая завинчиванием ее двуплечим рычажным ключом, так и самоуплотняющаяся давлением наполняющего ее газа. Внутренняя арматура бомбы — из огнестойкого кислотоупорного и не окисляющегося металла (нержавеющая сталь, никель).

Бомба должна иметь свидетельство об испытании ее гидростатическим давлением на 100 *кгс/см*^{2}. Испытание бомбы должно производиться в соответствующем поверочном учреждении не реже чем через два года, а также в случае явного износа или повреждений резьбы на стакане бомбы или ее крышке, после ремонта этой резьбы и в случае замены изоляции среднего токоведущего штифта.

После испытания бомбы под давлением маслом или при случайных загрязнениях ее, а также перед пуском в работу новой бомбы, даже при отсутствии на ней явных следов масла и жиров, необходимо тщательно вытереть бомбу и затем промыть все ее части и каналы последовательно бензином, спиртом и эфиром, удалив последний продувкой. Калориметрическая бомба, используемая для определения теплоты сгорания топлива, для других целей применяться не должна.

Калориметрический сосуд цилиндрической формы из тонкого, тщательно отполированного металлического листа, с прочным дном. Высота сосуда не должна превышать высоты бомбы (вместе с вентилями) более чем на 5—10 *мм*. Полная емкость сосуда 3000—4000 *мл*, в зависимости от типа мешалки.

Оболочка, представляющая собой хорошо отполированный закрытый двухстенный с двойным дном металлический кожух, защищающий калориметрический сосуд от воздушных потоков и колебаний температуры окружающей среды. Пространство между стенками кожуха может быть заполнено воздухом или водой.

На дне оболочки должна находиться изоляционная (эбонитовая, стеклянная, деревянная или из пластмассы) подставка, на выступы которой ставят калориметрический сосуд.

Оболочка сверху должна закрываться изоляционной (деревянной, эбонитовой или из пластмассы) крышкой, состоящей из двух полукругов, имеющих вырезы для стержня мешалки, термометра и токоведущих проводов; крышка должна закрывать оболочку во время опыта.

Оболочка может быть снабжена специальными приспособлениями для крепления термометра, лупы и мешалки.

Мешалка должна обеспечивать полное и быстрое перемешивание воды в сосуде, но без образования брызг. Число полных движений мешалки в минуту должно быть не менее 50 для вертикально движущейся кольцевой и 400 — для пропеллерной. Установление

необходимой скорости движения мешалки производят или с помощью передаточного шкива или реостатом.

Движение мешалки должно быть равномерным.

Перемешивающие части мешалки — лопасти при движении ее не должны выходить из воды. Стержень мешалки должен иметь изоляционную (эбонитовую, деревянную или из пластмассы) перемычку, разделяющую ее на две части: погружающуюся в воду калориметрического сосуда и ведущую к движущему механизму. При работе мешалка не должна касаться термометра, бомбы и калориметрического сосуда.

Электромотор мощностью 50—100 *вт*, приводящий в движение мешалку, и реостат, регулирующий ее движение, должны быть установлены возможно дальше от калориметра или отделены от него экраном.

Термометр с делениями на 0,01° С, специальный калориметрический или переменного ртутного наполнения, для замера температуры калориметра.

Термометр должен быть проверен государственным поверочным учреждением через каждые полградуса с точностью не менее 0,001° С.

Термометр устанавливают в калориметре таким образом, чтобы он не касался ни стенок калориметрического сосуда, ни бомбы, ни мешалки. Середина его ртутного резервуара должна находиться примерно на уровне половины высоты погруженной в воду части бомбы.

Короткофокусная зрительная труба с кратностью увеличения в 6—9 раз и фокусным расстоянием 0,5—1,0 *м* или, при отсутствии таковой, двойная лупа — для отсчета показаний термометра. Труба или лупа должна быть укреплена на особом штативе, по вертикальной штанге которого она должна свободно перемещаться, не изменяя строго горизонтального положения своей оптической оси. Крепление лупы на самом термометре не допускается.

Калориметрическая чашечка-тигелек для помещения в нее навески топлива, из нержавеющей стали, специальных сплавов или кварца, конусообразной формы. Размеры ее в *мм*: диаметр по верху 27—28, диаметр по низу 19—20, высота 14—15, толщина стенок 0,75—1,0.

Трансформатор для получения тока напряжением 12—15 *в* или другой источник получения тока указанного напряжения для зажигания навески нефтепродукта.

Для наблюдения за запалом в цепь, идущую от трансформатора или другого источника тока низкого напряжения к бомбе, включают сигнальную лампу.

Кислородный редуктор с двумя манометрами: манометром на 30 *кгс/см*^{2} (предельное давление 50—60 *кгс/см*^{2}), служащим для измерения давления в бомбе при наполнении ее кислородом, и манометром на 250—300 *кгс/см*^{2} (предельное давление), служащим для контроля давления кислорода в баллоне.

При отсутствии редуктора манометр на 30 *кгс/см*^{2} устанавливают на специальной подставке-колонке, имеющей предохранительный клапан, отрегулированный на 35 *кгс/см*^{2}.

Трубки медные цельнотянутые кислородопроводные с внутренним диаметром 1—1,5 *мм*, служащие для соединения бомбы через манометр с кислородным баллоном.

Манометр и соединительные кислородопроводные трубки должны испытываться гидростатическим давлением в соответствии с действующими инструкциями.

Редуктор, манометры и кислородопроводные трубки должны быть обезжирены. Необходимо также исключить возможность загрязнения их жиром в процессе работы.

В случае смазки каких-либо частей кислородопроводящей аппаратуры глицерином, последний должен применяться в соответствии с существующими правилами техники безопасности и такого качества, которое гарантирует безопасность работы установки.

Подставка и двуплечий ключ для завинчивания крышки бомбы.

Штатив с деревянным кольцом для крышки бомбы.

Гаечный ключ для контргаек вентилей бомбы; шпильки для вентилей бомбы; отвертки для резьбовых пробок крышки бомбы; раздвижной ключ для вентиля кислородного баллона; пинцет для укрепления запальной проволоки к электродам бомбы.

б) Весы аналитические с разновесом до 100 *г*.

в) Весы технические 2-го класса предельной нагрузки 5 *кг*, 6-го класса предельной погрешности по ГОСТ 11219—65.

г) Термометр на 100° С.

д) Стаканы химические вместимостью 500—600 *мл*.

е) Промывалка вместимостью 500—1000 *мл* с резиновой грушей.

ж) Электрическая плитка для подогрева воды в промывалке.

з) Секундомер.

и) Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64:
бюретка вместимостью 25—50 *мл*;
пипетка вместимостью 20—25 *мл*.

к) Колбы конические вместимостью 250—500 *мл*.

л) Зажимы винтовые и пружинные, трубки стеклянные и резиновые для соединения аппаратуры.

4. При определении теплоты сгорания тяжелых нефтепродуктов применяются следующие реактивы и материалы:

а) бензойная кислота эталонная с паспортом Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии;

б) натр едкий по ГОСТ 4328—66, «ч. д. а.», 0,1 н водный раствор;

в) фенолфталеин по ГОСТ 5850—51,1%-ный спиртовой раствор;

г) кислород по ГОСТ 5583—58, полученный методом глубокого охлаждения воздуха; применение кислорода, полученного электро-

лизом воды, не допускается; при работе со сжатым кислородом обязательно соблюдение действующих правил по технике безопасности;

д) вода дистиллированная;

е) проволока железная, никелиновая, константановая или медная диаметром не более 0,2 *мм* для зажигания током навески нефтепродукта в бомбе; проволоку с помощью шаблона нарезают на отрезки равной длины (60—120 *мм*, в зависимости от устройства внутренней арматуры бомбы и системы запала); взвешивают на аналитических весах 10—15 отрезков совместно и вычисляют средний вес одного отрезка. Теплота сгорания 1 *г* запальной проволоки принимается:

для железной проволоки	1600 *кал*
» никелиновой проволоки	775 »
» константановой проволоки	750 »
» медной проволоки	600 »

Б. Определение водного значения калориметра

5. Водным значением (эквивалентом) калориметра называют весовое (в граммах) количество воды, имеющее теплоемкость, равную (эквивалентную) теплоемкости калориметрической системы, состоящей из калориметрического сосуда, находящейся в нем воды, калориметрической бомбы с ее содержимым, мешалки и термометра (при данной глубине погружения).

6. Водное значение калориметра определяют путем сжигания в калориметрической бомбе навески эталонной бензойной кислоты и замера изменения температуры калориметрической системы в результате выделившейся при этом теплоты. Количество калорий, вызвавшее повышение температуры калориметрической системы на 1° С, численно равно водному эквиваленту калориметра, выраженному в граммах.

7. Определение водного значения калориметра должно производиться не реже одного раза в шесть месяцев в том же помещении и при условиях, в которых будет в дальнейшем проводиться определение теплоты сгорания нефтепродуктов.

Определение водного значения калориметра производят заново также каждый раз в случае изменения условий работы с калориметром (после замены или ремонта частей калориметрической установки, замены термометра, переноса калориметра на другое место, изменения температуры помещения более чем на 5° С и т. п.).

8. В предварительно взвешенный калориметрический сосуд берут с точностью до 1 *г* такое количество дистиллированной воды, чтобы калориметрическая бомба после установки ее на дне сосуда была погружена в воду до $^2/_3$ высоты контргаек вентилей.

Перед взвешиванием сосуда с водой вытирают насухо стенки и дно его снаружи и стенки внутри сосуда над уровнем воды.

Вес воды в калориметрическом сосуде при последующих определениях теплоты сгорания нефтепродуктов должен быть тот же самый, что и при определении водного значения калориметра.

9. Навеску эталонной бензойной кислоты 1 ± 0,1 *г* помещают в матрицу пресса и спрессовывают в плотный брикет. Матрицу и вкладыши пресса предварительно вытирают сухим полотенцем.

Полученный брикет взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в предварительно взвешенной чашечке для сжигания.

10. Укрепляют запальную проволоку к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец ее к кислородопроводящей трубке, второй — к токоведущему штифту, и вытягивают среднюю часть отрезка проволоки, не свертывая ее в петлю.

Чашечку с брикетом бензойной кислоты помещают в кольце токоведущего штифта. Вытянутая средняя часть отрезка проволоки должна касаться брикета бензойной кислоты, находящегося в чашечке.

11. В стакан бомбы наливают с помощью пипетки 10 *мл* дистиллированной воды и осторожно переносят крышку с укрепленной в кольце чашечкой с навеской бензойной кислоты и приспособлением для запала.

Крышку завинчивают сначала рукой, а затем, укрепив стакан бомбы в подставке, двуплечим ключом-рычагом. Крышку самоуплотняющейся бомбы завинчивают только рукой.

После этого закрывают выпускной вентиль бомбы и через впускной вентиль соединяют бомбу медной трубкой с кислородным баллоном.

Между калориметрической бомбой и баллоном с кислородом включают редуктор с манометром или манометр на подставке, имеющий предохранительный клапан, отрегулированный на 35 *кгс/см*^{2}.

Бомбу равномерным током кислорода (чтобы не вызвать разбрызгивания воды на дне бомбы) наполняют до давления 25—30 *кгс/см*^{2}, не вытесняя из бомбы воздух.

После заполнения бомбы кислородом отключают от нее кислородопроводящую трубку и закрывают резьбовыми пробками отверстия в крышке бомбы, ведущие к впускному и выпускному вентилям.

12. Калориметрический сосуд с водой ставят в оболочку калориметра на изоляционную подставку. Температура воды в сосуде перед установкой его в оболочку должна быть на 1—1,5° С ниже температуры воды или воздуха в оболочке.

13. Бомбу осторожно, не касаясь воды пальцами, погружают в калориметрический сосуд, присоединяют к зажимам бомбы провода, служащие для подводки тока низкого напряжения, и устанавливают в калориметрическом сосуде термометр и мешалку.

В случае выделения из бомбы пузырьков кислорода испытание не проводят.

Затем проверяют правильность положения отдельных частей установки:

а) термометр и мешалка (при ее движении) не должны касаться друг друга, а также стенок бомбы и калориметрического сосуда;

б) середина ртутного резервуара термометра должна находиться на уровне половины высоты погруженной в воду части бомбы;

в) перемешивающие части мешалки не должны выступать из воды.

После проверки установку закрывают крышкой так, чтобы она не касалась термометра и мешалки, и, включая электромотор, приводят в движение мешалку. Число движений мешалки во время испытания должно быть постоянным.

К испытанию приступают через 5—10 *мин* после начала перемешивания воды в калориметрическом сосуде.

В течение этого времени выравнивается температура всех частей калориметрической системы и устанавливается равномерное повышение температуры.

14. Калориметрическое испытание разделяется на три периода:

а) Начальный, предшествующий сжиганию навески и служащий для наблюдения и учета теплообмена калориметрической системы (сосуда, воды в нем, бомбы, погруженных в воду частей — мешалки и термометра) с окружающей средой в условиях начальной температуры испытания.

б) Главный, в котором происходит сгорание навески, передача тепла горения калориметрической системе и выравнивание температуры всех ее частей.

в) Конечный, служащий для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях конечной температуры испытания.

Записывают температуру воды в калориметрическом сосуде и делают 5 отсчетов по шкале термометра каждый через 1 *мин* (начальный период).

Тысячные доли градуса отсчитывают путем деления «на глаз» (с помощью короткофокусной трубы или лупы) на 10 равных частей промежутка между двумя соседними делениями термометра.

Для преодоления действия капиллярных сил, препятствующих равномерному перемещению мениска ртути, перед каждым отсчетом температуры (кроме отсчетов при быстром подъеме температуры в главном периоде) производят легкое постукивание по термометру концом тонкой палочки, на который надета резиновая трубка или мягкая корковая пробка.

15. В момент последнего отсчета температуры калориметра в начальном периоде замыкают цепь электрического тока низкого напряжения, подсоединенного к зажимам бомбы, в результате чего сгорают запал и навеска бензойной кислоты.

После замыкания электрического тока производят отсчеты температуры через каждые полминуты (главный период) со следующей точностью:

до 0,1° — при повышении температуры за полминуты более чем на 0,5°;

до 0,01° — при повышении температуры за полминуты от 0,1° до 0,5°;

до 0,001° — при повышении температуры за полминуты менее чем на 0,1°.

Моменты отсчетов определяют по секундомеру.

Первый отсчет температуры калориметра в главном периоде производят непосредственно через полминуты после последнего отсчета в начальном периоде. Промежуток между этими отсчетами является первым промежутком главного периода.

Главный период считают законченным с наступлением равномерного изменения температуры воды в калориметрическом сосуде; полуминутные промежутки с равномерным изменением температуры относят к конечному периоду.

При затруднениях с определением конца главного периода полуминутные периоды, которые вызывают сомнение в равномерности изменения температуры, следует отнести к главному периоду, увеличив таким образом его продолжительность на 1—2 полминуты.

16. Непосредственно за последним отсчетом главного периода следует первый полуминутный промежуток конечного периода. Всего к конечному периоду относят 10 отсчетов температуры через каждые полминуты.

17. По окончании испытания выключают электромотор, приводящий в движение мешалку, снимают крышку калориметра, приподнимают термометр, вытирают его насухо и отъединяют провода от зажимов бомбы.

Бомбу вынимают, вытирают снаружи, устанавливают в подставке, вывинчивают резьбовые пробки, осторожно открывают выпускной вентиль и медленно, в течение $\approx$5 *мин* выпускают газы, после чего отвинчивают и снимают крышку бомбы и тщательно осматривают внутреннюю поверхность стакана и крышки, внутреннюю арматуру бомбы и воду в ней. При наличии сажистого налета или несгоревших частиц навески данное определение считают недействительным и повторяют его заново. Калориметрическую чашечку при этом прокаливают в муфеле и переносят в эксикатор.

Стакан бомбы и крышку вытирают изнутри чистым полотенцем и, не закрывая вентилей, оставляют до следующего опыта открытыми. Вентили в конце рабочего дня продувают подогретым воздухом.

18. При отсутствии сажистого налета (или несгоревших частиц) выливают воду из бомбы в чистый стакан, тщательно обмывают с помощью промывалки все внутренние части бомбы, в том числе и чашечку (снаружи и внутри), горячей дистиллированной водой, откры-

вают впускной вентиль и промывают водой оба вентиля и трубку. Все промывные воды (150—200 *мл*) собирают в тот же стакан. Содержимое стакана — смыв бомбы — подвергают анализу.

19. Стакан со смывом бомбы, содержащим в растворе азотную кислоту, образовавшуюся в условиях опыта, накрывают часовым стеклом, нагревают и кипятят в течение 5 *мин*. Затем прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют смыв 0,1 н раствором едкого натра до появления неисчезающего розового окрашивания.

20. Водное значение (эквивалент) калориметра (K) в граммах вычисляют по формуле:

$$K = \frac{6329 \cdot G + Q_1 \cdot G_1 + 1{,}43 \cdot V}{[(t_n + h_n) - (t_0 + h_0) + \Delta t] \cdot H} \ldots, \qquad \text{(I)}$$

где:

6329 — теплота сгорания эталонной бензойной кислоты в *кал/г*;

G — навеска бензойной кислоты в *г*;

Q_1 — теплота сгорания запальной проволоки в *кал/г*, принимается согласно п. 4 настоящего стандарта;

G_1 — вес запальной проволоки в *г*;

1,43 — теплота образования и растворения в воде азотной кислоты, эквивалентной 1 *мл* точно 0,1 н раствора едкого натра, в *кал*;

V — объем точно 0,1 н раствора едкого натра, израсходованный на титрование смыва бомбы в *мл*;

t_n — конечная температура главного периода в градусах по шкале термометра;

h_n — поправка на калибр термометра при температуре t_n в градусах по шкале термометра;

t_0 — начальная температура главного периода в градусах по шкале термометра;

h_0 — поправка на калибр термометра при температуре в градусах по шкале термометра;

Δt — поправка на теплообмен калориметра с окружающей средой в градусах по шкале термометра; определяется согласно п. 21 настоящего стандарта;

H — значение градуса по шкале термометра в градусах стоградусной шкалы (при работе со специальными калориметрическими термометрами постоянного наполнения $H = 1{,}000°$ С).

21. Поправку на теплообмен калориметра с окружающей средой (Δt) в градусах вычисляют по формуле:

$$\Delta t = \frac{v + v_1}{2} \cdot m + v_1 \cdot r \ldots, \qquad \text{(II)}$$

где:

v — среднее изменение температуры за полуминутный промежуток в начальном периоде в градусах по шкале термометра;

v_1 — среднее изменение температуры за полуминутный промежуток в конечном периоде в градусах по шкале термометра;

m — число полуминутных промежутков главного периода с быстрым подъемом температуры.

Число m может быть установлено по следующему правилу Ануфриева:

Величина критерия $\frac{t_4-t_0}{t_n-t_0}$	Число m
До 0,50	9
От 0,50 до 0,64	8
» 0,64 » 0,73	7
» 0,73 » 0,82	6
» 0,82 » 0,91	5
» 0,91 » 0,95	4
Более 0,95	3

где:

t_4 — температура четвертого отсчета главного периода;

t_0 — начальная температура главного периода (она же конечная температура начального периода);

t_n — конечная температура главного периода.

r — число остальных полуминутных промежутков главного периода с медленным подъемом температуры.

22. Водное значение калориметра вычисляют как среднее арифметическое результатов 5 определений, расхождения между крайними значениями которых не должны превышать 10 *г*.

В. Проведение испытания

23. Пробу испытуемого нефтепродукта, не обезвоживая его, хорошо перемешивают 5-*мин* встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на $^3/_4$ ее емкости.

Вязкие и парафинистые нефтепродукты перед перемешиванием нагревают в течение 30 *мин* при температуре 40—50° С в сушильном шкафу или на водяной бане.

24. Подготовку к испытанию и определение теплоты сгорания испытуемого нефтепродукта по бомбе ($Q_б^a$) производят так же, как при сжигании бензойной кислоты при определении водного значения калориметра согласно пп. 8—19 настоящего стандарта, со следующими изменениями:

а) Температура воды в калориметрическом сосуде должна быть на 1—2,5° С ниже воды или воздуха в оболочке калориметра. В указанных пределах наименьшая разница температуры воды в калориметрическом сосуде и в оболочке предусматривается для определения теплоты сгорания сильно обводненных нефтепродуктов в калориметрах с большим водным значением, наибольшая — для определе-

ния теплоты сгорания нефтепродуктов с малым содержанием воды в калориметрах с небольшим водным значением.

б) Навеску испытуемого нефтепродукта берут в пределах 0,6—0,8 *г* с точностью до 0,0002 *г*. Большую навеску берут при определении теплоты сгорания низкокалорийных и сильнообводненных нефтепродуктов в калориметре с большим водным значением.

в) Петлю запальной проволоки погружают в навеску испытуемого нефтепродукта.

г) Смыв бомбы используют для определения содержания серы.

Г. Порядок расчета

25. Теплоту сгорания испытуемого нефтепродукта по бомбе ($Q_б^а$) в *кал/г* вычисляют по формуле:

$$Q_б^а = \frac{K\,[(t_n + h_n) - (t_0 + h_0) + \Delta t]\cdot H - Q_1\cdot G_1}{G}\ldots, \qquad \text{(III)}$$

где:

K — водное значение (эквивалент) калориметрической установки в *г*;

t_n — конечная температура главного периода в градусах по шкале термометра;

h_n — поправка на калибр термометра при температуре t_n в градусах по шкале термометра;

t_0 — начальная температура главного периода в градусах по шкале термометра;

h_0 — поправка на калибр термометра при температуре t_0 в градусах по шкале термометра;

Δt — поправка на теплообмен калориметрической установки с окружающей средой в градусах по шкале термометра, определяемая согласно п. 21 настоящего стандарта;

H — значение градуса по шкале термометра в градусах стоградусной шкалы (при работе со специальными калориметрическими термометрами постоянного наполнения $H = 1{,}000°$ С);

Q_1 — теплота сгорания запальной проволоки в *кал/г*; принимается согласно п. 4 настоящего стандарта;

G_1 — вес запальной проволоки в *г*;

G — *навеска испытуемого нефтепродукта в г.*

II. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ ВЫСШЕЙ ($Q_в^а$)

26. Метод заключается:

а) в экспериментальном определении в смыве бомбы количества серы, перешедшей в бомбе из двуокиси серы в серную кислоту, и

б) во введении в величину теплоты сгорания по бомбе поправки на теплоту кислотообразования.

А. Определение содержания серы в смыве бомбы весовым методом ($S^a_{бв}$) [1]

27. Определение заключается в осаждении в смыве бомбы сульфат-иона в виде сернокислого бария и весовом определении последнего.

28. При определении содержания серы в смыве бомбы применяются следующая аппаратура, реактивы и материалы:

а) Весы аналитические с разновесом до 100 *г*.

б) Электрический муфель с устойчивой температурой в 800° ± ± 20° С, с реостатом.

в) Термопара хромель—алюмель по ГОСТ 3044—61 и милливольтметр с градуировкой шкалы до 1000° С или оптический пирометр.

г) Эксикатор по ГОСТ 6371—64, с осушающим реактивом.

д) Тигли фарфоровые низкой формы № 4 по ГОСТ 9147—59.

е) Щипцы для тиглей, металлические.

ж) Баня водяная для подогрева.

з) Стаканы химические с носиком вместимостью 500 *мл*.

и) Воронки стеклянные под углом 60°, диаметром 50—65 *мм*.

к) Промывалка вместимостью 500 × 1000 *мл*.

л) Электрическая плитка.

м) Металлическая или роговая ложка или совочек.

н) Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.», концентрированная.

о) Барий хлористый по ГОСТ 4108—65, 10%-ный водный раствор.

п) Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 3%-ный водный раствор.

р) Метиловый оранжевый (индикатор,) 0,02%-ный водный раствор.

с) Вода дистиллированная.

т) Фильтры быстрофильтрующие диаметром 90—120 *мм*.

у) Фильтры медленнофильтрующие (беззольные), плотные, диаметром 70—90 *мм*.

29. Смыв бомбы после сожжения навески испытуемого нефтепродукта отфильтровывают через быстрофильтрующий бумажный фильтр от могущих присутствовать механических примесей (кусочков окалины и т. п.). Фильтр тщательно промывают горячей водой и промывные воды присоединяют к фильтрату.

30. В полученный фильтрат (в количестве 300—350 *мл*) прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и приливают крепкой соляной кислоты до слабокислой реакции.

Раствор нагревают до кипения и к нему, при помешивании стеклянной палочкой, приливают постепенно 10 *мл* нагретого до кипе-

[1] Для случаев, не связанных с приемкой-сдачей нефтепродуктов, допускается применение объемного метода, изложенного в приложении 1.

ния 10%-ного раствора хлористого бария. При этом выпадает осадок образовавшегося сернокислого бария.

31. Раствор с осадком сернокислого бария нагревают в течение 2 *ч* на кипящей водяной бане (или на песчаной бане при температуре, близкой к кипению).

32. Отстоявшуюся в стакане жидкость фильтруют через плотный беззольный фильтр. Осадок в стакане промывают горячей водой сначала декантацией, затем на фильтре, до полного удаления ионов хлора (пока одна капля фильтрата не перестанет вызывать появление мути в растворе азотнокислого серебра).

33. Влажный фильтр с осадком сернокислого бария переносят во взвешенный фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянного веса, и слегка уплотняют его в последнем. Осторожно подогревают тигель (на плитке или горелке), фильтр сначала высушивают, затем обугливают, не давая загораться.

Прокаливание тигля с осадком производят в муфельной печи при температуре 800 ± 25° С в течение 20—30 *мин*, после чего тигель вынимают из муфеля, охлаждают на воздухе в течение 5 *мин*, затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

После этого производят контрольные прокаливания продолжительностью 10 *мин*, каждое до тех пор, пока разность в весе при двух последовательных взвешиваниях будет менее 0,001 *г*, и вычисляют вес полученного сернокислого бария.

34. Содержание серы в смыве бомбы в процентах к навеске испытуемого топлива ($S^a_{бв}$) вычисляют по формуле:

$$S^a_{бв} = \frac{G_1 \cdot 0{,}1373}{G} \cdot 100 \ldots, \qquad \text{(IV)}$$

где:

G_1 — вес сернокислого бария в *г*;

0,1373 — коэффициент для пересчета веса сернокислого бария на вес серы;

G — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*.

Б. Вычисление теплоты сгорания высшей ($Q^a_в$)

35. Теплоту сгорания высшую вычисляют путем введения в полученное значение теплоты сгорания по бомбе поправки на кислотообразование, т. е. поправки на теплоту:

а) образования из двуокиси серы серной кислоты,

б) образования из азота азотной кислоты,

в) растворения образовавшихся кислот в воде.

36. Теплота перехода двуокиси серы в серную кислоту и растворения последней в воде принимается равной 22,5 *кал* на 1% серы (или 0,01 *г*), определенной экспериментально в смыве бомбы.

Количество образовавшейся в бомбе азотной кислоты экспериментально не определяется и теплота ее образования и растворения в воде принимается условно равной 10 *кал*.

37. Теплоту сгорания испытуемого нефтепродукта высшую ($Q_в^а$) в *кал/г* вычисляют по формуле:

$$Q_в^а = Q_б^а - (22{,}5S_б^а + 10)\ldots, \qquad \text{(V)}$$

где:

$Q_б^а$ — теплота сгорания испытуемого нефтепродукта по бомбе в *кал/г*;

$S_б^а$ — содержание серы в смыве бомбы в процентах к навеске испытуемого топлива.

III. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ НИЗШЕЙ ($Q_н^а$)

38. Метод заключается:

а) в определении содержания водорода в испытуемом нефтепродукте экспериментальным путем или расчетом по формуле;

б) во введении в величину теплоты сгорания высшей поправки на теплоту парообразования.

А. Определение содержания водорода (экспериментальным путем)

39. Определение заключается:

а) в сжигании, без учета калориметрического опыта, навески испытуемого нефтепродукта в калориметрической бомбе, в сжатом кислороде, в присутствии навески пемзы, пропитанной серной кислотой;

б) в выдерживании бомбы в кипящей воде и на воздухе для поглощения влаги поглотителем и

в) во взвешивании поглотителя для определения привеса влаги.

40. При определении содержания водорода применяются следующая аппаратура, реактивы и материалы:

а) Аппаратура, перечисленная в п. 3 настоящего стандарта.

б) Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147—59:
шпатель № 1;
тигли фарфоровые низкой формы № 3 или № 4 (по размерам дна бомбы) для поглотителя влаги;
чашка выпарительная № 4 или № 5.

в) Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—54: низкие, диаметром 35—50 *мм*, высотой ≈30 *мм* (по размерам фарфорового тигля для поглотителя влаги); высокие, диаметром 30—40 *мм*, высотой 45—60 *мм* для хранения свежеприготовленной пемзы.

г) Банка металлическая с крышкой диаметром 150—160 *мм*, высотой 200—220 *мм*, для горячей воды.

д) Электрическая плитка.

е) Эксикаторы по ГОСТ 6371—64 с осушающим реактивом.

ж) Банка стеклянная с притертой крышкой вместимостью 250—300 *мл* для отработанной пемзы.

з) Щипцы для тиглей.

и) Палочки стеклянные.

к) Электрический муфель с температурой 800° С, с реостатом.

л) Пемза, возможно более пористая.

м) Кислота серная по ГОСТ 4204—66 «х. ч.» или «ч. д. а.», концентрированная.

н) Кислород сжатый в баллоне; кислород не должен содержать водорода; применение кислорода, полученного электролизом воды, не допускается.

о) Мягкая проволока диаметром 1—2 *мм* для подвешивания бомбы.

41. Калориметрическая бомба, применяемая для определения содержания водорода, должна быть проверена на герметичность и не давать каких-либо утечек газа.

Перед употреблением бомбу просушивают, для чего открывают на несколько поворотов вентили отверстий бомбы, продувают их кислородом и оставляют не менее чем на 1 *ч* с осушающим реактивом (пемза, пропитанная серной кислотой) с открытыми вентилями и полузавинченной крышкой. Желательно применение для определения водорода отдельной бомбы. В этом случае бомба в нерабочем состоянии содержится с осушающим реактивом и требует специальной просушки только в случае неполноты поглощения влаги в опыте.

Необходимо, чтобы концы токоведущего штифта и кислородопроводной трубки бомбы отстояли от края тигля для поглотителя влаги не менее чем на 20 *мм*, в противном случае их укорачивают.

Стаканчики для взвешивания тиглей с поглотителем влаги, а также стаканчики с приготовленной пемзой, пропитанной серной кислотой, хранят в эксикаторе.

Фарфоровые тигли для поглотителя влаги следует хранить в эксикаторе, а после употребления смывать водой и просушивать.

Приготовление поглотителя для влаги

42. Кусок пемзы около 150—200 *г* раскалывают на мелкие части и отбирают или отсеивают фракцию величиной зерен 3—5 *мм*.

Приготовленную фракцию прокаливают в электрическом муфеле при 800° С в течение 1,5—2 *ч*.

Охлажденную пемзу помещают в фарфоровую чашку, заливают крепкой серной кислотой до образования густой кашеобразной массы и переносят чашку на электроплитку.

Нагревают пемзу с серной кислотой до кипения, изредка перемешивая смесь стеклянной палочкой. После 30 *мин* кипячения дают чашке с пемзой немного охладиться и проверяют, достаточно ли кислоты. Если кислота полностью впиталась, то приливают еще 10—15 *мл* и снова кипятят полчаса. Если оказывается большой излишек кислоты, то осторожно сливают его, а затем подвергают смесь даль-

нейшему кипячению. После часового кипячения чашку с пропитанной кислотой пемзой снимают с плитки, дают охладиться до прекращения выделения паров серной кислоты и еще теплую пемзу переносят в стеклянные стаканчики с притертыми крышками и хранят в эксикаторе.

Полученная пемза должна быть сухой по внешнему виду.

Таким же способом производят регенерацию отработанной пемзы. В этом случае требуется добавление меньшего количества серной кислоты.

43. Проведение холостого опыта. 7—8 *г* пемзы, пропитанной серной кислотой, помещают в тигель и взвешивают в закрытом стаканчике с точностью до 0,0002 *г*.

Затем быстро переносят тигель на дно бомбы и закрывают ее.

Через трубку впускного вентиля осторожно, чтобы не раздуть навеску пемзы, наполняют бомбу кислородом до давления 30 *кгс/см*^{2} (не вытесняя воздух из бомбы) и оставляют бомбу на 1 *ч* на воздухе при комнатной температуре.

Затем осторожно, в течение 4—5 *мин*, выпускают кислород из бомбы, отвинчивают крышку, быстро переносят тигель с пемзой из бомбы в стаканчик для взвешивания и определяют привес влаги в навеске пемзы.

Контрольный опыт производят не менее двух раз, а в случае резких колебаний в результатах испытаний (более 1—2 *мг*) производят дополнительные определения.

Из сходящихся результатов вычисляют среднюю поправку на влажность кислорода и воздуха в объеме бомбы, адсорбируемую внутренней поверхностью бомбы и абсорбируемую поглотителем при перенесении его из стаканчика в бомбу и обратно. Поправку на влажность устанавливают при каждой смене баллона с кислородом.

44. Проведение определения водорода. Калориметрический сосуд наполняют дистиллированной водой без точного взвешивания, но в таком количестве, чтобы бомба при погружении была покрыта водой до высоты контргаек вентилей.

Воду берут комнатной температуры. Сосуд с водой помещают в оболочку калориметра на изоляционную подставку.

Укрепляют запальную проволоку к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец ее к кислородопроводящей трубке, второй — к токоведущему штифту, и вытягивают среднюю часть отрезка проволоки.

Во взвешенную калориметрическую чашечку при помощи пипетки с широким капиллярным концом или стеклянной палочки берут навеску испытуемого нефтепродукта в количестве 0,3—0,4 *г* (меньшие навески берут для нефтепродуктов более богатых водородом и с большой влажностью).

Калориметрическую чашечку с навеской укрепляют на кольце токоведущего штифта и погружают среднюю часть запальной проволоки в навеску нефтепродукта.

Взвешивают в фарфоровом тигле в закрытом стаканчике 7—8 *г* пемзы, пропитанной серной кислотой, с точностью до 0,0002 *г*.

Переносят на дно бомбы тигель с навеской пемзы, пропитанной серной кислотой, и осторожно закрывают бомбу.

Открывают впускной и закрывают выпускной вентили бомбы и, установив не сильную струю кислорода (чтобы не раздуть пемзу), соединяют через манометр впускной вентиль бомбы с кислородным баллоном и наполняют бомбу кислородом до давления 30 *кгс/см*^{2}, не вытесняя воздух из бомбы.

Бомбу осторожно погружают в калориметрический сосуд с водой, присоединяют провода, соединенные с источником тока низкого напряжения, к клеммам бомбы, погружают в воду мешалку и термометр, закрывают крышкой оболочку и пускают в ход мешалку.

Выдерживают систему при перемешивании 2—3 *мин* для уравнивания температуры, после чего замыкают ток в запальной цепи и наблюдают по поднятию ртути в термометре (или по контрольной лампочке), произошло ли зажигание навески.

Вынимают бомбу из калориметра, продевают проволоку через отверстия головок вентилей, переносят бомбу в сосуд с заранее приготовленной кипящей водой и оставляют сосуд на электрической плитке.

Воду наливают в сосуд до метки в таком количестве, чтобы бомба при погружении была полностью покрыта водой.

Выдерживают бомбу в кипящей воде в течение 30 *мин*. После этого вынимают бомбу из воды и оставляют на воздухе при комнатной температуре в течение 1 *ч*.

Если за этот период бомба не охладилась полностью, ее погружают на 2—3 *мин* в холодную воду до принятия комнатной температуры.

Медленно, в течение 4—5 *мин*, выпускают из бомбы газы, развинчивают бомбу, быстро перенося тигель с пемзой в стаканчик, и определяют привес влаги в навеске пемзы.

Осматривают внутреннюю поверхность бомбы, чтобы убедиться в полноте сгорания навески и поглощения влаги. Поверхность бомбы должна быть сухая или в случае сжигания сернистых нефтепродуктов — слабомаслянистая, отпотевающая на воздухе.

В случае налетов сажи на стенках бомбы или непоглощенной влаги данное определение считают недействительным и повторяют его заново.

Использованную пемзу собирают в отдельную банку с притертой пробкой для последующей регенерации.

45. Содержание водорода в испытуемом нефтепродукте в процентах ($H_б^a$) вычисляют по формуле:

$$H_б^a = \left[\frac{(G_2 - G_1)\,100}{G} - W^a\right] \cdot 0{,}1119\ldots, \qquad \text{(VI)}$$

где:

G_2 — увеличение веса пемзы, пропитанной серной кислотой, после сожжения испытуемого нефтепродукта в *г*;

G_1 — увеличение веса пемзы, пропитанной серной кислотой, после холостого опыта в *г*;

G — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*;

W^a — содержание воды в испытуемом нефтепродукте в процентах;

0,1119 — коэффициент для пересчета веса воды на вес водорода.

Б. Определение содержания водорода расчетом по эмпирической формуле

46. Содержание водорода в сухом испытуемом нефтепродукте в процентах (H^c) вычисляют по формуле:

$$H^c = 0{,}0047 Q_б^c - 37{,}6 \ldots, \qquad \text{(VII)}$$

где $Q_б^c$ — теплота сгорания испытуемого нефтепродукта по бомбе, в пересчете на сухое топливо, в *кал/г*;

0,0047 и 37,6 — эмпирические коэффициенты.

В. Вычисление теплоты сгорания низшей ($Q_н^a$)

47. Теплоту сгорания низшую вычисляют путем введения в полученное значение теплоты сгорания высшей «поправки на теплоту парообразования», т. е. поправки на количество тепла, выделяющееся в бомбе при конденсации паров воды:

а) образующейся от сгорания водорода испытуемого нефтепродукта и

б) содержащейся в самом нефтепродукте.

48. Теплоту сгорания испытуемого нефтепродукта низшую ($Q_н^a$) в *кал/г* вычисляют по формуле:

$$Q_н^a = Q_в^a - 6\left(9H^a + W^a\right) \ldots, \qquad \text{(VIII)}$$

где:

$Q_в^a$ — теплота сгорания испытуемого нефтепродукта высшая в *кал/г*;

6 — скрытая теплота парообразования на 1% (0,01 *г*) сконденсировавшегося в бомбе водяного пара в *кал/г*;

9 — коэффициент для пересчета веса водорода на вес воды;

H^a — содержание водорода в испытуемом нефтепродукте в процентах;

W^a — содержание воды в испытуемом нефтепродукте в процентах.

IV. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

49. Вычисление результатов определения теплоты сгорания по бомбе высшей и низшей производят с точностью до 1 *кал*. Окончательные результаты округляют с точностью до 10 *кал*, при этом менее 5 *кал* отбрасывают, а 5 и более считают за 10 *кал*.

50. Определение теплоты сгорания тяжелых нефтепродуктов в бомбе по каждой пробе производят параллельно в двух навесках.

Расхождения между двумя параллельными определениями теплоты сгорания по бомбе высшей и низшей не должны превышать 30 *кал/г*.

При получении расхождений более 30 *кал/г* производят третье определение и за результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений в пределах допускаемых расхождений.

Если результат третьего определения находится в пределах допускаемых расхождений по отношению к каждому из двух предыдущих определений, то за результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

V. ПЕРЕСЧЕТ ДАННЫХ АНАЛИЗА

51. Аналитические данные теплоты сгорания тяжелых нефтепродуктов по бомбе ($Q_б^a$), высшей ($Q_в^a$) и низшей ($Q_н^a$) полученные по формулам (III), (V) и (VIII) настоящего стандарта, соответствуют теплоте сгорания доставленного на анализ топлива (без обезвоживания, при содержании воды в топливе W^a или $W^л$).

52. Если доставленный на анализ нефтепродукт является рабочим топливом с содержанием воды $W^a = W^p$, аналитические данные теплоты сгорания по бомбе, высшей и низшей соответствуют теплоте сгорания рабочего топлива, а именно:

$$Q_б^p = Q_б^a;$$

$$Q_в^p = Q_в^a;$$

$$Q_н^p = Q_н^a,$$

где:

$Q_б^p$, $Q_в^p$, $Q_н^p$ — теплота сгорания соответственно по бомбе, высшая и низшая в рабочем топливе в *кал/г*;

$Q_б^a$, $Q_в^a$, $Q_н^a$ — то же, по аналитическим данным.

53. Пересчет аналитических данных на сухое топливо производят по формулам:

$$Q_б^c = Q_б^a \frac{100}{100 - W^a} \quad \text{или} \quad Q_б^c = Q_б^p \frac{100}{100 - W^p};$$

$$Q_в^c = Q_в^a \frac{100}{100 - W^a} \quad \text{или} \quad Q_в^c = Q_в^p \frac{100}{100 - W^p};$$

$$H^c = H^a \frac{100}{100 - W^a} \quad \text{или} \quad H^c = H^p \frac{100}{100 - W^p};$$

$$Q_н^c = Q_в^c - 54H^c,$$

где:

$Q_б^c$, $Q_в^c$, $Q_н^c$ — теплота сгорания соответственно по бомбе, высшая и низшая сухого топлива в *кал/г*;

$Q_б^a$, $Q_в^a$ — то же, по аналитическим данным;

H^c — содержание водорода в сухом топливе в %;

H^a — то же, по аналитическим данным;

W^a — содержание воды в испытуемом необезвоженном топливе в %;

$Q_б^p$, $Q_в^p$, H^p, W^p — то же, для рабочего топлива.

Примечание. Если в доставленном на анализ нефтепродукте содержание воды равно нулю ($W = 0$), аналитические данные теплоты сгорания по бомбе, высшей и низшей соответствуют теплоте сгорания сухого топлива, а именно:

$$Q_б^a = Q_б^c;$$

$$Q_в^a = Q_в^c;$$

$$Q_н^a = Q_н^c;$$

$$H^a = H^c,$$

где:

$Q_б^a$, $Q_в^a$, $Q_н^a$ — теплота сгорания соответственно по бомбе, высшая и низшая по аналитическим данным в *кал/г*;

$Q_б^c$, $Q_в^c$, $Q_н^c$ — то же, для сухого топлива;

H^a — содержание водорода по аналитическим данным в %;

H^c — то же, для сухого топлива.

Замена

ГОСТ 798—53 введен взамен ГОСТ 798—41.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—51.
ГОСТ 5583—58 введен взамен ГОСТ 5583—50.
ГОСТ 7148—54 введен взамен ОСТ 10062—39.
ГОСТ 9147—59 введен взамен ГОСТ 628—41.
ГОСТ 3044—61 введен взамен ГОСТ 3044—45.
ГОСТ 1277—63 введен взамен ГОСТ 1277—41.
ГОСТ 6371—64 введен взамен ГОСТ 6371—52.
ГОСТ 4108—65 введен взамен ГОСТ 4108—48.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 11219—65 введен взамен ГОСТ 798—53.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЕРЫ В СМЫВЕ БОМБЫ ОБЪЕМНЫМ МЕТОДОМ

1. Определение содержания серы в смыве бомбы объемным методом применяется для случаев, не связанных с приемкой-сдачей нефтепродуктов, и при использовании бомб, металл которых не реагирует с образующимися в бомбе кислотами; последнее устанавливают по отсутствию окраски смывов и по отсутствию осадка железа в процессе титрования; при наличии окраски или выпадения осадка железа производят сравнение результатов анализов по данному методу с результатами анализов по весовому методу. Заниженные результаты по объемному методу исключают возможность использования его с данной бомбой.

В случае использования бомбы завода «Молодой Ударник» данный метод применяться не должен.

2. Определение содержания серы объемным методом заключается в титровании смыва бомбы щелочью, вычитании из общего количества щелочи, пошедшей на титрование, условного количества, соответствующего образовавшейся азотной кислоте, и установлении по разности количества щелочи, соответствующего образовавшейся серной кислоте.

3. При определении содержания серы в смыве бомбы объемным методом применяется следующая аппаратура, реактивы и материалы:

а) стаканы химические вместимостью 500 *мл*;

б) бюретка по ГОСТ 1770—64 вместимостью 25—50 *мл*;

в) натр едкий по ГОСТ 4328—66 «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,1 н титрованный водный раствор;

г) фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовый раствор;

д) вода дистиллированная.

4. Смыв бомбы, не фильтруя его, нагревают до кипения в стакане, накрытом стеклом, и кипятят в течение 5 *мин*. Затем прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором едкого натра до появления неисчезающей розовой окраски.

5. Содержание серы в смыве бомбы в процентах к навеске испытуемого нефтепродукта $\left(S^{a}_{бо}\right)$ вычисляют по формуле:

$$S^{a}_{бо} = \frac{(V - 7)\cdot 0{,}001603}{G}\cdot 100,$$

где:

V — объем раствора едкого натра (в пересчете на точно 0,1 н раствор), пошедший на титрование смыва бомбы, в *мл*;

7 — объем раствора едкого натра (в пересчете на точно 0,1 н раствор), пошедший на титрование азотной кислоты, соответствующей условной поправке в 10 *кал*;

0,001603 — количество серы, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора едкого натра, в *г*;

G — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*.

6. Расхождения между двумя параллельными определениями теплоты сгорания по бомбе высшей и низшей при определении содержания серы в смыве бомбы объемным методом не должны превышать 50 *кал/г*.

Замена

ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРИМЕРЫ ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ ПО БОМБЕ

Пример 1

Запись отсчетов

№ п/п.	Температура в град.	
0	17,992	Начальный период
1	—	
2	995	
3	—	
4	998	
5	—	
6	18,000	
7	—	
8	002	
9	—	
t_0 10	005	Запал
11	18,270	Главный период
12	19,000	
13	20,200	
14	420	
15	522	
16	590	
17	620	
18	635	
19	640	
t_n 20	642	
21	640	Конечный период
22	638	
23	636	
24	634	
25	632	
26	630	
27	627	
28	624	
29	621	
30	619	

Исходные величины для расчета

$K = 2352$
$H = 1,000$
$Q_1 = 1600$
$G_1 = 0,0098$
$h_n = +0,018$
$h_0 = +0,010$
$G = 0,6334$

Вычисление

$$\frac{t_4 - t_0}{t_n - t_0} = \frac{20,420 - 18,005}{20,642 - 18,005} = 0,92$$

$$m = 4$$

$$r = 6$$

$$v = \frac{17,992 - 18,005}{10} = -0,0013$$

$$v_1 = \frac{20,642 - 20,619}{10} = +0,0023$$

$$\Delta t = \frac{-0,0013 + 0,0023}{2} \cdot 4 + 0,0023 \cdot 6 = +0,0158$$

$$Q_б^a = \frac{2352\,[(20,642 + 0,018) - (18,005 + 0,010 + 0,0158)] - 1600 \cdot 0,0098}{0,6334} =$$

$$= 9855 \text{ кал/г}$$

Пример 2

Запись отсчетов

№ п/п.	Температура в град.		Исходные величины для расчета
0	1,641	Начальный период	$K = 3264$
1	—		$H = 0{,}998$
2	643		$Q_1 = 1600$
3	—		$G_1 = 0{,}0098$
4	645		$h_n = -0{,}004$
5	—		$h_0 = 0$
6	648		$G = 0{,}7212$
7	—		
8	650		
9	—		
t_0 10	653	Запал	
			Вычисление
11	2,120	Главный период	$\frac{t_4 - t_0}{t_n - t_0} = \frac{3{,}711 - 1{,}653}{3{,}934 - 1{,}653} = 0{,}90$
12	3,200		
13	500		$m = 5$
t_4 14	711		
15	850		$r = 6$
16	898		
17	921		$v = \frac{1{,}641 - 1{,}653}{10} = -0{,}0012$
18	930		
19	933		
20	934		$v_1 = \frac{3{,}934 - 3{,}929}{10} = +0{,}0005$
t_n 21	934		
			$\Delta t = \frac{-0{,}0012 + 0{,}0005}{2} \cdot 5 + 0{,}0005 \cdot 6 =$
			$= +0{,}0012$
22	933	Конечный период	
23	933		
24	932		
25	932		
26	931		
27	931		
28	930		
29	930		
30	930		
31	929		

$$Q_б^а = \frac{3264\,[(3{,}934 - 0{,}004) - (1{,}653 + 0) + 0{,}0012]}{0{,}7212} \cdot \frac{0{,}998}{0{,}7212} -$$

$$- \frac{1600 \cdot 0{,}0098}{0{,}7212} = 10\,268 \text{ кал/г}$$