Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Нефтепродукты легкие МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ	**ГОСТ 5080—55** Взамен ГОСТ 5080—49 Группа Б09

Настоящий стандарт распространяется на методы определения теплоты сгорания по бомбе, высшей и низшей легких нефтепродуктов (карбюраторного и дизельного топлива, топлива для двигателей различного назначения), не содержащих воды.

Применение метода определения теплоты сгорания предусматривается в стандартах и ведомственных технических условиях на легкие нефтепродукты.

I. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ ПО БОМБЕ

1. Метод заключается в сжигании навески испытуемого нефтепродукта в сжатом кислороде в калориметрической бомбе в чашечке, которая закрывается горючей непроницаемой для паров нефтепродукта пленкой, измерении выделившегося при этом количества тепла и вычислении по результатам опыта теплоты сгорания по бомбе ($Q_б^a$).

А. Помещение, аппаратура и реактивы

2. Помещение. Определение теплоты сгорания должно производиться в отдельной комнате, обособленной от прочих лабораторных помещений, защищенной от действий 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 приборов и установок, интенсивно излучающих тепло и создающих сильные токи воздуха. Во время определения теплоты сгорания отопление и вентиляция в помещении не должны давать сильных воздушных течений.

Внесен Министерством нефтяной промышленности СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 1/VIII 1955 г.	Срок введения 1/I 1956 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

3. При определении теплоты сгорания легких нефтепродуктов применяется следующая аппаратура:

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

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

Бомба должна иметь свидетельство об испытании ее гидростатическим давлением на 100 *кгс/см*^{2}. Испытание должно производиться организацией, которой принадлежит бомба, 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.

В кольце токоведущего штифта бомбы должен быть оставлен прорез, через который пропускают пробку чашечки Зубова-ВТИ при укреплении ее в кольце.

Описание самоуплотняющейся бомбы дано в приложении 1.

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: одну — погружающуюся в воду калориметрического сосуда, другую — ведущую к движущемуся 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 трубы, 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 Зубова-ВТИ (черт. 1) из нержавеющей стали с притертой пробкой.

Для научно-исследовательских работ может применяться калориметрическая чашечка Зубова из платины (черт. 2).

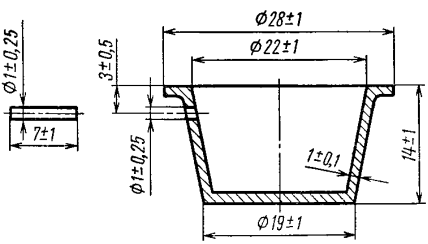
Трансформатор для получения тока напряжения 12—15 *в* или другой источник получения тока указанного напряжения для зажигания навески нефтепродукта.

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

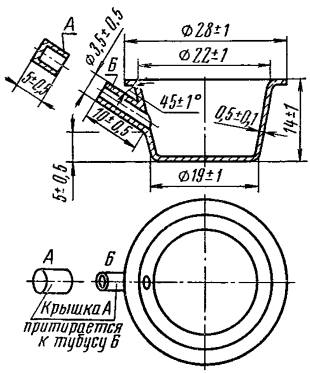
Кислородный редуктор с двумя манометрами: манометром на 35 *кгс/см*^{2} (предельное давление 60—70 *кгс/см*^{2}), служащим для измерения давления в бомбе при наполнении ее кислородом, и манометром на 250—300 *кгс/см*^{2} (предельное давление), служащим для контроля давления кислорода в баллоне.

При отсутствии редуктора манометр на 35 *кгс/см*^{2} устанавливают на специальной подставке — колонке, имеющей предохранительный клапан, отрегулированный на 40 *кгс/см*^{2}.

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



Черт. 1



Черт. 2

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

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

В случае смазки каких-либо частей кислородпроводящей 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*.

г) Склянка с узким горлом или колба вместимостью 250—300 *мл* для раствора пленки в ацетоне.

д) Неглубокий кристаллизатор с плоским дном диаметром 100—200 *мм* или химический стакан для приготовления пленок.

е) Эксикатор с осушающим реактивом.

ж) Термометр на 100° С.

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

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

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

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

м) Секундомер.

н) Шприц медицинский на 5—10 *мл* или пипетка на 2—3 *мл* с оттянутым в капилляр концом для взятия навески испытуемого нефтепродукта.

о) Пинцет металлический.

п) Источник электрического тока напряжением 12—15 *в*.

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

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

а) Кино- или фотопленка.

б) Растворитель пленки — ацетон технический по ГОСТ 2768—67.

в) Раствор коллодия в этиловом эфире по ГОСТ 6265—52.

г) Бензойная кислота эталонная с паспортом Всесоюзного научно-исследовательского института метрологии.

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

е) Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор.

ж) Кислород по ГОСТ 5583—58, полученный методом глубокого охлаждения воздуха; применение кислорода, полученного электролизом воды, не допускается; при работе с сжатым кислородом обязательно соблюдение действующих правил по технике безопасности.

з) Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

и) 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 »	. . . . .	775 »
» константановой проволоки	. . . . .	750 »
» медной »	. . . . .	600 »

к) Асбест прокаленный.

л) Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—66.

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 три месяца 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.

При использовании самоуплотняющейся бомбы наполнение калориметрического сосуда должно быть таково, чтобы бомба при погружении была покрыта водой до нижнего края колпачка (обозначенного цифрой *12* на черт. 3), закрывающего выходной клапан бомбы.

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 $1 \pm 0{,}1$ *г* помещают в матрицу пресса и спрессовывают в плотный брикет. Матрицу и вкладыш пресса предварительно вытирают сухим полотенцем.

Полученный брикет взвешивают с точностью до 0,0002 *г* в предварительно взвешенной чашечке Зубова-ВТИ.

10. Запальную проволоку прикрепляют к внутренней арматуре бомбы, плотно присоединяя один конец ее к кислородподводящей

трубке, второй — к токоведущему штифту, и вытягивают среднюю часть отрезка проволоки, не свертывая ее в петлю.

Чашечку с навеской бензойной кислоты укрепляют на кольце токоведущего штифта калориметрической бомбы, пропуская пробку через прорез в кольце.

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.

При применении самоуплотняющейся бомбы последнюю закрывают следующим образом: крышку *1* (черт. 3) вместе с надетыми на нее кольцами *4* и *5* медленно (без перекосов) погружают до упора в стакан *3*. При этом кольцо *5* обязательно устанавливают косым срезом вниз. Затем на крышку надевают гайку *2* и свободно от руки завинчивают до отказа. Применять усилия при этом не рекомендуется.

Для наполнения бомбы кислородом надо снять колпачок *12* и присоединить кислородподводящую трубку от манометра через трубку впускного вентиля. При подаче кислорода в бомбу цилиндрический клапан *9* автоматически открывается и после наполнения бомбы кислородом также автоматически закрывается. После наполнения бомбы кислородом клапаны закрывают колпачками.

Для наполнения калориметрической бомбы кислородом 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 40 *кгс/см*^{2}.

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

После заполнения бомбы кислородом отключают от нее кислородподводящую 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, бомбу вынимают из калориметрического сосуда, добиваются герметичности и дополняют кислородом, как указано выше.

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) промежутка между двумя соседними делениями термометра на 10 равных частей.

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 напря-

жения, подсоединенную 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 полуминуты.

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 применении самоуплотняющейся бомбы по окончании опыта бомбу вынимают из калориметра, снимают колпачок *12* выходного клапана и открывают выпускной вентиль путем поворота штуцера (обозначенного цифрой *19* на черт. 3) с помощью гаечного ключа против часовой стрелки таким образом, чтобы газы из бомбы были выпущены медленно, в течение 4—5 *мин*. После этого отвинчивают и снимают крышку бомбы.

При наличии сажистого налета на внутренней поверхности или арматуре бомбы данное определение считают недействительным и повторяют его заново. Повторное определение производят при наполнении бомбы кислородом до давления на 5 *кгс/см*^{2} больше.

18. При отсутствии сажистого налета (или несгораемых 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, открывают 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.

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.

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:

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

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 t_0 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;

r — число остальных полуминутных промежутков главного периода с медленным 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
Св. 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
» 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.

22. Водное значение калориметра вычисляют как среднее арифметическое результатов пяти определений, расхождение между наибольшим и наименьшим значениями которых не должно превышать 10 *г*.

В. Подготовка к испытанию

Приготовление пленок для калориметрических чашечек Зубова-ВТИ.

23. Для приготовления пленок к калориметрическим чашечкам служит 5—8%-ный раствор кино- или фотопленки в ацетоне или раствор коллодия в этиловом эфире.

Кино- или фотопленку замачивают в горячей воде, удаляют слой эмульсии и высушивают. Затем отвешивают пленку в необходимом количестве, разрезают на мелкие части, переносят в склянки или колбу, заливают соответствующим количеством ацетона и взбалтывают при закрытом пробкой горле до полного растворения пленки.

Примечание. 200 *мл* 5—8%-ного раствора достаточно для приготовления пленок на 150—200 определений теплоты сгорания нефтепродуктов, для определения теплоты сгорания самой пленки и для заклеивания пленки при нанесении на чашечку.

24. Приготовленный раствор кинопленки в ацетоне или раствор коллодия в этиловом эфире наливают в кристаллизатор или в химический стакан из расчета 5—6 *мл* на поверхность площадью 100 *см*^{2}. Наклонением сосуда в разных направлениях дают раствору распределиться ровным слоем. После испарения ацетона или этилового эфира пленку снимают с помощью горячей воды и просушивают между листами фильтровальной бумаги в течение суток.

Хранят пленки в банке или коробке.

Определение теплоты сгорания пленки

25. Теплоту сгорания пленки, применяемой для нанесения на чашечку Зубова-ВТИ, определяют с целью внесения поправки при вычислении теплоты сгорания испытуемого нефтепродукта.

26. Для определения теплоты сгорания пленку свертывают в плотный комок весом 0,5—0,7 *г*, свободно помещаемый в чашечку Зубова-ВТИ, и взвешивают его с точностью до 0,0002 *г*. Взвешенный комок пленки прокалывают, обвязывают запальной проволокой и помещают в чашечку.

Примечание. Для обеспечения полноты сгорания пленки рекомендуется применять чашечку, выложенную прокаленным асбестом.

27. Подготовку калориметра к испытанию проводят по пп. 8 и 12 настоящего стандарта, причем в калориметрический сосуд берут воду с температурой на 0,3—0,5° С ниже температуры оболочки.

28. Калориметрический опыт проводят по пп. 10—18 настоящего стандарта. Смыв бомбы после проведения опыта не собирают.

29. Теплоту сгорания пленки по бомбе ($Q^a_{б/пл}$) в *кал/г* вычисляют по формуле:

$$Q^a_{б/пл} = \frac{K \cdot [(t_n + h_n) - (t_0 + h_0) + \Delta t] \cdot H - Q_1 \cdot G_1}{G_2} \ldots, \qquad \text{(III)}$$

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_2 — навеска пленки в *г*.

30. Теплоту сгорания пленки по бомбе вычисляют как среднее арифметическое не менее чем из двух результатов опытов, расхождения между которыми не превышают 40 *кал/г*.

Подготовка калориметрической чашечки Зубова-ВТИ к определению

31. Калориметрическую чашечку Зубова-ВТИ перед определением прокаливают, охлаждают и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*.

32. Из пленки, приготовленной по пп. 23 и 24 настоящего стандарта, вырезают запальную полоску шириной 6—8 *мм* и длиной 30—35 *мм* и кружок несколько большего диаметра, чем диаметр чашечки с бортиком.

Примечание. Пленку предварительно просматривают на свет для обнаружения отверстий и берут для покрытия чашечки только доброкачественные участки.

33. Стеклянной палочкой наносят каплю раствора пленки в ацетоне или раствора коллодия в этиловом эфире на внутреннюю стенку чашечки, на стороне, противоположной боковому отверстию, и прикрепляют к стенке чашечки запальную полоску, опуская конец ее до дна чашечки. Затем смазывают раствором бортик чашечки в месте закрепления запальной полоски, отгибают свободную часть последней, после чего смазывают раствором весь 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 легким слоем раствора край бортика, достигая полной герметичности в месте соприкосновения пленки с бортиком чашечки. После нанесения пленки чашечку оставляют на воздухе для просушки на 1—2 *ч* при открытом отверстии.

34. По истечении 1—2 *ч* закрывают отверстие чашечки пробкой, делают надрез ножницами в выступающем конце запальной полоски, взвешивают чашечку с точностью до 0,0002 *г* и определяют вес нанесенной пленки.

Г. Проведение испытания

35. Подготовку калориметра к испытанию проводят по пп. 8 и 12 настоящего стандарта.

36. Один конец запальной проволоки присоединяют к трубке, другой — к токоведущему штифту.

37. В приготовленную по пп. 31—34 настоящего стандарта чашечку Зубова-ВТИ через боковое отверстие при помощи медицинского шприца или пипетки вводят навеску испытуемого нефтепродукта в количестве 0,5—0,6 *г*, тщательно закрывают пробкой отверстие, взвешивают чашечку с навеской с точностью до 0,0002 *г* и определяют вес навески (при испытании бензинов образцы проб перед взятием навески выдерживают на льду в течение 15—20 *мин* для избежания потерь легких фракций).

38. Чашечку с навеской укрепляют на кольце токоведущего штифта, пропуская пробку через прорез в кольце. Изгибают середину запальной проволоки в виде петли, которую продевают в надрез запальной полоски, так чтобы конец запальной полоски и запальная проволока приходились над серединой чашечки. Тонкой иглой делают один прокол в пленке.

Переносят крышку на стакан бомбы и завинчивают ее, как указано в п. 11. После этого через трубку впускного вентиля осторожно (чтобы избежать разрыва пленки и разбрызгивания навески) наполняют бомбу кислородом до давления в 30 *кгс/см*^{2}, не вытесняя из бомбы воздух.

39. Калориметрический опыт проводят по пп. 10—18 настоящего стандарта со следующим дополнением.

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

Д. Порядок расчета

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

$$Q_б^a = \frac{K \cdot \left[\left(t_n + h_n\right) - \left(t_0 + h_0\right) + \Delta t\right] \cdot H - \left(Q_1 \cdot G_1 + Q_{б/пл}^a \cdot G_2\right)}{G}, \qquad \text{(IV)}$$

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*;

$Q^a_{б/пл}$ — теплота сгорания по бомбе пленки в *кал/г*;

G_2 — вес пленки на чашечке Зубова-ВТИ в *г*;

G — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*.

II. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ ВЫСШЕЙ ($Q^a_в$)

41. Метод заключается:

а) в экспериментальном определении содержания серы в испытуемом нефтепродукте (если в испытуемом нефтепродукте содержание общей серы известно, то специально экспериментального определения проводить не следует);

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

А. Определение содержания серы

42. Содержание серы в процентах, необходимое для вычисления поправки на кислотообразование, в испытуемом легком нефтепродукте определяют экспериментально по ГОСТ 1771—48.

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

43. 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.

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

Количество образовавшейся в бомбе азотной кислоты экспериментально не определяется, и теплота ее образования и растворения в воде принимается условно равной 12 *кал*.

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

$$Q_в^a = Q_б^a - (22{,}5 \cdot S^a + 12)\ldots, \qquad (V)$$

где:

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

S^a — содержание серы в испытуемом нефтепродукте в процентах.

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

46. Метод заключается:

а) в определении содержания водорода в испытуемом нефтепродукте экспериментальным путем или расчетом по формуле, причем определение содержания водорода экспериментальным путем производят при особо точных анализах;

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

А. Определение содержания водорода (экспериментальным путем)

47. Определение заключается:

а) в сжигании без учета калориметрического опыта навески испытуемого нефтепродукта в калориметрической бомбе, в сжатом кислороде, в чашечке, которая закрывается горючей, непроницаемой для паров нефтепродукта пленкой, 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.

48. 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 нагревом до температуры 800° С, с реостатом.

л) Пемза возможно более пористая.

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

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.

49. 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 промывать водой и просушивать.

Приготовление поглотителя для влаги

50. 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 дальнейшему 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.

Проведение контрольного опыта

51. 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 час 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.

Определение содержания водорода

52. 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.

В приготовленную по пп. 31—34 настоящего стандарта чашечку Зубова-ВТИ через боковое отверстие, при помощи медицинского шприца или пипетки, вводят навеску испытуемого нефтепродукта

в количестве 0,3—0,4 *г*, тщательно закрывают пробкой отверстие, взвешивают чашечку с навеской с точностью до 0,0002 *г* и определяют вес навески.

Чашечку с навеской укрепляют на кольце токоведущего штифта, пропуская пробку через прорез в кольце. Изгибают середину запальной проволоки в виде петли, которую продевают в надрез запальной полоски так, чтобы конец запальной полоски и запальная проволока приходились над серединой чашечки. Тонкой иглой делают один прокол в пленке.

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 переносят 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.

Порядок расчета

53. Содержание водорода в испытуемом нефтепродукте в процентах ($H^a_б$) вычисляют по формуле:

$$H^a_б = \frac{(G_2 - G_1)\cdot 0{,}1119\cdot 100 - H^a_{пл}\cdot G_3}{G_4} \ldots, \qquad \text{(VI)}$$

где:

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

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

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

$H^a_{пл}$ — содержание водорода в пленке в %;

G_3 — вес пленки на чашечке Зубова-ВТИ в *г*;

G_4 — навеска испытуемого нефтепродукта в *г*.

Содержание водорода в пленке в процентах ($H^a_{пл}$) определяют по пп. 47—52 настоящего стандарта со следующими изменениями:

а) пленку сжигают в чашечке Зубова-ВТИ, выложенной прокаленным асбестом, но без нанесения запальной пленки;

б) для сжигания пленку свертывают в плотный комок весом 0,5—0,7 *г*, прокалывают его, обвязывают запальной проволокой и укрепляют к электродам бомбы над чашечкой;

в) продолжительность выдерживания бомбы в кипящей воде — 15 *мин*, на воздухе — 30 *мин*.

Содержание водорода в пленке в процентах ($H^a_{пл}$) вычисляют по формуле:

$$H^a_{пл} = \frac{(G_2 - G_1)\cdot 0{,}1119\cdot 100}{G_3} \ldots, \qquad \text{(VII)}$$

где:

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

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

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

G_3 — навеска пленки в *г*.

Б. Определение содержания водорода расчетом по эмпирической формуле

54. Содержание водорода в испытуемом нефтепродукте в процентах (H^a) вычисляют по формуле:

$$H^a = 0{,}005 \cdot Q_б^a - 41{,}4 \ldots, \qquad \text{(VIII)}$$

где:

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

0,005 и 41,4 — эмпирические коэффициенты.

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

55. Для вычисления теплоты сгорания низшей из полученного значения теплоты сгорания высшей вычитают поправку на количество тепла, выделяющегося в бомбе при конденсации паров воды.

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

$$Q_н^a = Q_в^a - 6 \cdot 9H^a \ldots, \qquad \text{(IX)}$$

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.

IV. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

57. 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*.

58. Определение теплоты сгорания легких 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.

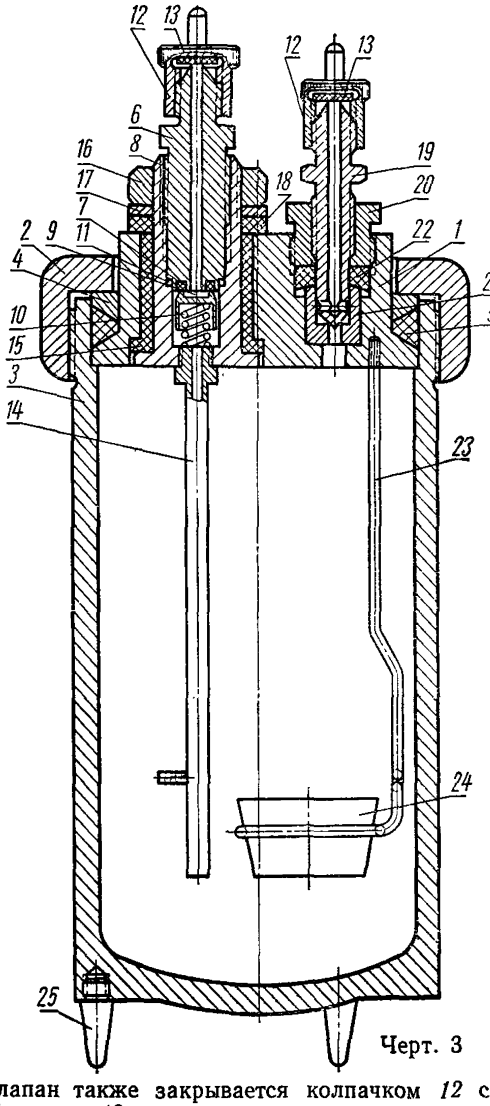
Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—51.
ГОСТ 5583—58 введен взамен ГОСТ 5583—50.
ГОСТ 9147—59 введен взамен ГОСТ 628—41.
ГОСТ 2768—67 введен взамен ГОСТ 2768—44.
ГОСТ 12026—66 введен взамен ГОСТ 7246—54 кроме п. 14, подпункта 4.
ГОСТ 6371—64 введен взамен ГОСТ 6371—52.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4328—66 введен взамен ГОСТ 4328—48.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ОПИСАНИЕ САМОУПЛОТНЯЮЩЕЙСЯ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКОЙ БОМБЫ СКБ-52

Самоуплотняющаяся калориметрическая бомба СКБ-52 (черт.) состоит из крышки *1*, гайки *2*, стакана *3*, металлического кольца *4* и пластического кольца *5*. При помощи этих пяти деталей осуществляется самоуплотнение. При наполнении бомбы кислородом крышка *1* поднимается вверх и прижимает пластическое кольцо *5* к металлическому кольцу *4* и к стенкам стакана. Входной клапан действует также по принципу самоуплотнения.



Черт. 3

Входной клапан состоит из штуцера *6* с полихлорвиниловой прокладкой *7*, помещенных в цилиндрическом корпусе *8*, цилиндрического клапан *9* и пружины *10*. Штуцер *6* садится на алюминиевую прокладку *11*. Уплотнение достигается нажатием клапана *9* под давлением кислорода на полихлорвиниловую прокладку *7*. Входной клапан закрывается колпачком *12* с полихлорвиниловой прокладкой *13*. Снизу клапан заканчивается прямой трубкой *14*, служащей одним из контактов.

Трубка *14* изолирована от бомбы эбонитовым изолятором *15*, уплотнение которого достигается при помощи гайки *16*, шайбы *17* и текстолитовой прокладки *18*. Для предохранения эбонитового изолятора *15* от действия раскаленных газов при сжигании топлива концентрическая щель между цилиндрическим корпусом *8* и крышкой *1* заполняется огнестойким и токонепроводящим фосфатцементом.

Выходной клапан представляет собой обычный игольчатый запорный вентиль с алюминиевым седлом. Выходной клапан также размещен в крышке бомбы и состоит из следующих деталей: штуцера *19*, размещенного в сальниковой гайке *20* и упирающегося своей иглой в алюминиевое седло *21*. Уплотнение клапана достигается при сжатии накидной гайкой *20* полихлорвинилового сальника *22*. Выходной клапан также закрывается колпачком *12* с полихлорвиниловой прокладкой *13*. Колпачки *12* являются одновременно и токопроводящими штифтами.

В крышку бомбы ввинчен токоведущий штифт *23* с кольцом для удерживания чашечки *24*. Штифт *23* является вторым контактом.

Бомба стоит на облегченных ножках *25*.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРИМЕР ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ ПО БОМБЕ

№ п/п.	Запись отчетов по термометру	
0	19,862	Начальный период
1	—	
2	864	
3	—	
4	866	
5	—	
6	868	
7	—	
8	870	
9	—	
t_0 10	872	Запал
11	20,100	Главный период
12	20,900	
13	21,900	
t_4 14	22,210	
15	22,315	
16	355	
17	375	
18	391	
19	403	
20	411	
21	415	
t_n 22	417	
23	22,416	Конечный период
24	415	
25	414	
26	413	
27	412	
28	411	
29	409	
30	408	
31	406	
32	405	

Исходные величины для расчета

$K = 2225$
$H = 1{,}001$
$h_n = -0{,}002$
$h_0 = +0{,}001$
$Q_1 = 1600$
$G_1 = 0{,}0084$
$Q^a_{б/пл} = 3990$
$G_2 = 0{,}0332$
$G = 0{,}5016$

Вычисление

$$\frac{t_4 - t_0}{t_n - t_0} = \frac{22{,}210 - 19{,}872}{22{,}417 - 19{,}872} = 0{,}92$$

$m = 4$

$r = 8$

$$v = \frac{19{,}862 - 19{,}872}{10} = -0{,}0010$$

$$v_1 = \frac{22{,}417 - 22{,}405}{10} = +0{,}0012$$

$$\Delta t = \frac{v + v_1}{2} \cdot m + v_1 \cdot r =$$

$$= \frac{-0{,}0010 + 0{,}0012}{2} \cdot 4 + 0{,}0012 \cdot 8 = 0{,}010$$

$$Q^a_б = \frac{K \cdot [(t_n + h_n) - (t_0 + h_0) + \Delta t] \cdot H}{G} - \frac{(Q_1 \cdot G_1 + Q^a_{б/пл} \cdot G_2)}{G} =$$

$$= \frac{2225 \cdot [(22{,}417 - 0{,}002) - (19{,}872 + 0{,}001) + 0{,}010] \cdot 1{,}001}{0{,}5016} -$$

$$- \frac{1600 \cdot 0{,}0084 + 3990 \cdot 0{,}0332}{0{,}5016} = 11040 \text{ кал/г}.$$