

Н А Ц И О Н А Л Ь Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы

ГАЗЫ ПРИРОДНЫЕ ГОРЮЧИЕ

Методы анализа

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2008

ОТ СТАНДАРТИНФОРМ

Сборник «Газы природные горючие. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 октября 2005 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты».

ния исчезающей розовой окраски и определяют объем едкого натра, израсходованного на нейтрализацию смыва бомбы. Затем приливают в стакан крепкую соляную кислоту до слабокислой реакции, добавив 2—3 капли раствора индикатора метилового оранжевого, после этого смыв отфильтровывают через быстрофильтрующий бумажный фильтр диаметром 90—120 мм от механических примесей. Фильтр тщательно промывают горячей водой и промывные воды присоединяют к фильтрату. Полученный фильтрат (в количестве 300—350 см³) нагревают до кипения и к нему, при помешивании стеклянной палочкой, приливают 10 см³ 10 %-ного раствора хлористого бария. При этом выпадает осадок образовавшегося сернокислого бария. Раствор с осадком сернокислого бария нагревают (не менее 30 мин) на кипящей водяной бане или на песчаной бане при температуре, близкой к кипению.

Отстоявшуюся в стакане жидкость в течение 8—12 ч фильтруют через плотный беззольный фильтр диаметром 70—90 мм. Осадок в стакане промывают горячей водой сначала декантацией, затем на фильтре до полного удаления ионов хлора, пока одна капля фильтрата не перестанет вызывать появления мути в растворе азотнокислого серебра.

Влажный фильтр с осадком сернокислого бария переносят во взвешенный фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, слегка уплотняют его в нем. Осторожно подогревая тигель на плитке или горелке, фильтр сначала высушивают, затем обугливают, не допуская его воспламенения. Тигель с осадком прокаливают в муфельной печи при (800±25) °С в течение 15—20 мин, после этого тигель вынимают из муфеля, охлаждают на воздухе в течение 5 мин, затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Затем проводят контрольные прокаливания тигля с осадком продолжительностью 10 мин каждое до тех пор, пока разность в массе при двух последовательных взвешиваниях не будет превышать 0,001 г, и вычисляют массу полученного сернокислого бария.

3.2.3. Массовую концентрацию азотной кислоты в смыве бомбы (X_1), выраженную в г/м³ испытуемого газа, вычисляют по формуле

$$X_1 = \left(V - \frac{m_1}{0,011671} \right) \cdot \frac{0,0063016}{V_0 \cdot F} = (V - 85,68 \cdot m_1) \cdot \frac{0,0063016}{V_0 \cdot F}, \quad (2)$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование смыва бомбы, см³;

m_1 — масса полученного осадка сернокислого бария, г;

0,011671 — масса сернокислого бария, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора гидроксида натрия, г;

0,0063016 — масса азотной кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора гидроксида натрия, г;

V_0 — объем газа в бомбе при температуре t и давлении P , м³;

F — коэффициент для приведения объема газа к сухому состоянию и условиям 20 °С и 101,325 кПа вычисляют по п. 4.1.5.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.4. Массовую концентрацию серной кислоты в смыве бомбы (X_2), выраженную в г/м³ испытуемого газа, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0,42}{V_0 \cdot F}, \quad (3)$$

где m_1 — масса полученного осадка сернокислого бария, г;

0,42 — коэффициент для пересчета массы полученного сернокислого бария на массу серной кислоты.

3.2.5. Поправку на теплоту образования и растворения азотной и серной кислот (Σq), кДж/м³ (ккал/м³), вычисляют по формуле

$$\Sigma q = 0,950 \cdot X_1 + 3,086 \cdot X_2, \quad (4)$$

где 0,950 — теплота образования азотной кислоты и растворения ее в воде, кДж/г (0,227 ккал/г);

X_1 — массовая концентрация азотной кислоты, г/м³;

3,086 — теплота образования серной кислоты и растворения ее в воде, кДж/г (0,737 ккал/г);

X_2 — массовая концентрация серной кислоты, г/м³.

3.2.6. При систематических анализах газа одного месторождения и отсутствии в этом газе серосодержащих соединений может быть установлена средняя поправка на теплоту образования и растворения в воде азотной кислоты, которая вычисляется как среднеарифметическое серии анализов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Удельную теплоту сгорания сухого природного или попутного газа в бомбе (Q_0^c), кДж/м³ (ккал/м³), вычисляют по формуле

$$Q_0^c = \frac{C \cdot K [(t_2 + \Delta n_2) - (t_1 + \Delta n_1) + \Delta n] - C \cdot m}{V_0 \cdot F}, \quad (5)$$

где C — теплоемкость калориметрической системы определяется по МИ 2096, кДж/°С (ккал/°С);
 t_2, t_1 — конечная и начальная температура главного периода деления шкалы термометра;
 $\Delta n_2, \Delta n_1$ — поправки на калибр термометра при температуре t_2 и t_1 , деления шкалы термометра;
 Δn — поправка к показаниям термометра, учитывающая теплообмен калориметра с окружающей средой, деления шкалы термометра, вычисленная по п. 4.1.3;
 K — цена деления шкалы термометра (после внесения поправки на калибр), °С (деление);
 q — удельная теплота сгорания запальной проволоки по п. 1.1, кДж/кг (ккал/кг);
 m — масса сгоревшей проволоки, равная разности масс проволоки до и после сгорания, кг;
 V_0 — объем газа в бомбе при температуре и давлении P , м³;
 F — коэффициент для приведения объема газа к сухому состоянию при 20 °С и 101,325 кПа по п. 4.1.5.

Теплоемкость калориметрической системы определяется по МИ 2096 не реже одного раза в три месяца при тех же условиях, на той же установке и в той же бомбе, которая в последующем будет использована для определения удельной теплоты сгорания газообразного топлива.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.1.1. Так как при определении удельной теплоты сгорания газа в бомбе не вводят воду и не применяют калориметрическую чашечку, значение теплоемкости калориметрической системы уменьшают: на 4 Дж/°С (1 ккал/°С) — за счет отсутствия воды и на 4 Дж/°С (1 ккал/°С) — за счет отсутствия чашечки из нержавеющей стали.

При применении чашечки из другого материала следует умножить массу чашечки на теплоемкость этого материала и полученную величину вычесть из значения теплоемкости системы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1.2. Поправки на калибр с погрешностью не более 0,001 °С указываются в удостоверении о поверке ртутного термометра. По данным удостоверения строится график, где на оси абсцисс откладываются деления по шкале термометра, а по оси ординат — поправки на калибр. По этому графику находят поправки на калибр термометра при любом числовом значении отсчета для термометров переменного и постоянного наполнения. Поправку на значение деления шкалы для термометров переменного наполнения в градусах Цельсия при различном количестве ртути в основном резервуаре термометра и соответственно в различных областях измеряемых температур находят по графику, который строится по данным удостоверения. На оси абсцисс откладывают значения нижних пределов температуры в градусах Цельсия измеряемой области, а по оси ординат — значения деления шкалы в градусах Цельсия. При измерении температуры в калориметре ртутным термометром постоянного наполнения $K = 1$ и величины $t_2, t_1, \Delta n_2, \Delta n_1, \Delta n$ выражаются в градусах Цельсия.

При использовании калориметра типа В-08МА с регистром поправки на калибр термометра $\Delta n_1, \Delta n_2$ не вводят; начальную и конечную температуры t_1 и t_2 главного периода определяют по показаниям цифрового вольтметра. Коэффициент K перевода температуры в градусы Цельсия в диапазоне измерений 0—5 В равен 1 °С/В.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.1.3. Поправку к показаниям термометра, учитывающую теплообмен калориметра с окружающей средой (Δn), вычисляют по формуле

$$\Delta n = \frac{v_1 + v_2}{2} \cdot z_1 + v_2 \cdot z_2, \quad (6)$$

где v_1, v_2 — средние скорости изменения показания термометра за 0,5 мин интервала в начальном и конечном периодах, деления шкалы термометра;

z_1 — число 0,5 мин интервалов главного периода с быстрым подъемом температуры (0,3 °С и более за 0,5 мин). К числу z_1 всегда относят первый интервал главного периода независимо от величины подъема температуры за этот интервал;

z_2 — число 0,5 мин интервалов главного периода, не отнесенных к числу z_1 (если общее число 0,5 мин интервалов главного периода составляет z_1 , то $z_2 = z - z_1$). Число z_1 может быть определено по табл. 2.

Таблица 2

Значение критерия	Число
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

4.1.4. Значение критерия (a) вычисляют по формуле

$$a = \frac{t_3 - t_1}{t_2 - t_1},$$

где t_3 — показание термометра, соответствующее температуре по истечении 2 мин главного периода в делениях шкалы термометра;

t_1 — показание термометра, соответствующее начальной температуре главного периода (она же конечная температура начального периода) в делениях шкалы термометра;

t_2 — показание термометра, соответствующее конечной температуре главного периода в делениях шкалы термометра.

4.1.5. Коэффициент (F) вычисляют по формуле

$$F = \frac{(P - P_1)(273 + 20)}{101,325(273 + t)}, \quad (7)$$

где P — барометрическое давление, мм рт. ст.;

P_1 — давление насыщенных паров воды при температуре t , мм рт. ст.;

t — температура газа в момент окончания наполнения бомбы, °С.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Высшую удельную теплоту сгорания газа (Q_n^c), кДж/м³ (ккал/м³), вычисляют по формулам:

4.2.1. Для сухого природного или попутного газа (Q_n^c)

$$Q_n^c = Q_n^c - \Sigma q, \quad (8)$$

где Q_n^c — удельная теплота сгорания сухого природного газа или попутного газа в бомбе, кДж/м³ (ккал/м³);

Σq — поправка на теплоту образования и растворения азотной и серной кислоты, кДж/м³ (ккал/м³), определяемая по п. 3.2.5.

4.2.2. Для природного или попутного газа в рабочем состоянии (Q_n^p)

$$Q_n^p = Q_n^c \cdot \frac{101,325 - P_n}{101,325}, \quad (9)$$

где Q_n^c — высшая удельная теплота сгорания сухого природного или попутного газа, кДж/м³ (ккал/м³);

P_n — парциальное давление водяных паров в газе при 20 °С и давлении 101,325 кПа, вычисляют по формуле

$$P_n = 135,33 \cdot W_m,$$

С. 12 ГОСТ 10062—75

где W_m — влажность газа при 20 °С и 101,325 кПа, кг/м³, вычисляют по формуле

$$W_m = \frac{m_2}{V_{t,p} \cdot \left(\frac{P}{101,325} \cdot \frac{273+20}{273+t} \right)},$$

где m_2 — увеличение массы влагопоглотителей при пропускании через них газа объемом $V \frac{1}{p}$ в кубических метрах при условиях опыта: температуре t и давлении P , кг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Низшую удельную теплоту сгорания газа (Q_n), кДж/м³ (ккал/м³), вычисляют по формулам:

4.3.1. Для сухого природного газа ($Q_n^{c'}$)

$$Q_n^{c'} = Q_n^c - 0,1000Q_n^c + 0,0050Q_n^c = 0,9050Q_n^c, \quad (10)$$

где 0,1000 — эмпирический коэффициент для вычисления поправки на теплоту парообразования сконденсировавшегося в бомбе водяного пара;

0,0050 — эмпирический коэффициент для вычисления поправки на разность теплоты сгорания газа при постоянном давлении и постоянном объеме.

4.3.2. Для сухого попутного газа ($Q_n^{c''}$)

$$Q_n^{c''} = Q_n^c - 0,0888Q_n^c + 0,0040Q_n^c = 0,9152Q_n^c, \quad (11)$$

где 0,0888 — эмпирический коэффициент для вычисления поправки на теплоту парообразования сконденсировавшегося в бомбе водяного пара;

0,0040 — эмпирический коэффициент для вычисления поправки на разность теплоты сгорания газа при постоянном давлении и при постоянном объеме.

4.3.3. Для природного или попутного газа в рабочем состоянии (Q_n^p)

$$Q_n^p = Q_n^c \cdot \frac{101,325 - P_n}{101,325}, \quad (12)$$

где P_n — парциальное давление водяных паров в газе при 20 °С и давлении 101,325 кПа, мм рт. ст., вычисленное по п. 4.2.2;

Q_n^c — низшая удельная теплота сгорания сухого природного или попутного газа, кДж/м³ (ккал/м³).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Удельную теплоту сгорания смеси вычисляют следующим образом: удельную теплоту сгорания смеси природных и попутных горючих газов вычисляют по формуле для того газа, который количественно преобладает в смеси.

Удельную теплоту смеси природного и искусственного газа вычисляют по формуле для природного газа.

Удельную теплоту сгорания смеси попутного и искусственного газа вычисляют по формуле для попутного газа.

4.5. За результат испытания удельной теплоты сгорания газа в бомбе принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 170 кДж/м³ (40 ккал/м³).

При получении расхождений более 170 кДж/м³ (40 ккал/м³) проводят третье определение и за окончательный результат принимают среднеарифметическое двух наиболее близких определений.

При отборе проб газа из газопровода и получении систематических расхождений между результатами параллельных определений следует установить: не является ли причиной расхождений качество газа, подаваемого в сеть. Для этого отбирают пробу газа из газопровода в металлическую пипетку вместимостью 10—12 дм³ и проводят ряд параллельных определений удельной теплоты сгорания газа в пробе.

4.6. Результаты определения удельной теплоты сгорания газа по бомбе, высшей и низшей удельной теплоты сгорания вычисляют с погрешностью не более 4 кДж/м³ (1 ккал/м³). Окончательные результаты округляют до 40 кДж/м³ (10 ккал/м³).

Примеры записи и расчетов удельных теплот сгорания приведены в приложении 1.

ПРИМЕРЫ РАСЧЕТОВ УДЕЛЬНОЙ ТЕПЛОТЫ СГОРАНИЯ

1. Пример записи результатов определения удельной теплоты сгорания природного газа указан в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Запись отсчетов по термометру		Период	Данные для расчета	
Номера 0,5 мин отсчетов	Показания термометра, деления шкалы			
0	2,015	Начальный	$C = 13,965 \text{ кДж/}^\circ\text{C}$ (3,336 ккал/°C) $K = 1,001 \text{ }^\circ\text{C}$ (деление) $t_1 = 2,017$ деления $\Delta n_1 = +0,008$ деления $t_2 = 2,709$ деления	
1				
2	2,015			
3				
4	2,016			
5				
6	2,016			
7				
8	2,017			
9				
10	2,017	Запал	$t_2 = 2,796$ деления $\Delta n_2 = +0,001$ деления	
11	2,450	Главный	$q = 3140 \text{ кДж/кг}$ (750 ккал/кг) $m = 0,0094 \cdot 10^{-3} \text{ кг}$ $V_0 = 0,298 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3$ $P = 101,55 \text{ кПа}$ $P = 2,91 \text{ кПа}$ $m_1 = 0,0101 \text{ г}$ $V_1 = 3,5 \text{ см}^3$ $t = 23,6 \text{ }^\circ\text{C}$	
12	2,627			
13	2,681			
14	2,709			
15	2,733			
16	2,746			
17	2,758			
18	2,768			
19	2,775			
20	2,781			
21	2,786			
22	2,789			
23	2,791			
24	2,792			
25	2,793			
26	2,794			
27	2,795			
28	2,796			
29	2,796			
30	2,796			
31	2,795			Конечный
32	2,794			
33	2,794			
34	2,793			
35	2,793			
36	2,792			
37	2,792			
38	2,791			
39	2,791			
40	2,791			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

С. 14 ГОСТ 10062—75

1.1. Поправку к показаниям термометра, учитывающего теплообмен калориметра с окружающей средой (Δt), вычисляют по формуле (6) настоящего стандарта.

Предварительно вычисляют критерий (a) по формуле

$$a = \frac{t_2 - t_1}{t_2 - t_1} = \frac{2,709 - 2,017}{2,796 - 2,017} = 0,89.$$

По табл. 2 настоящего стандарта находят

$$z_1 = 5; z_2 = z - z_1 = 20 - 5 = 15.$$

1.2. Вычисляют средние скорости изменения показания термометра (v_1 и v_2).

$$v_1 = \frac{2,015 - 2,017}{10} = -0,0002;$$

$$v_2 = \frac{2,796 - 2,791}{10} = 0,0005;$$

$$\Delta t = \frac{v_1 + v_2}{2} \cdot z_1 + v_2 \cdot z_2 = \frac{-0,0002 + 0,0005}{2} \cdot 5 + 0,0005 \cdot 15 = 0,0083.$$

1.3. Удельную теплоту сгорания сухого природного газа по бомбе (Q_b^c) вычисляют по формуле (5) настоящего стандарта.

Предварительно вычисляют коэффициент (F) по формуле

$$F = \frac{(P - P_1) \cdot (273 + 20)}{760 \cdot (273 + t)} = \frac{(761,7 - 21,84) \cdot 293}{760 \cdot (273 + 23,6)} = 0,9617.$$

$$Q_b^c = \frac{13,965 \cdot 1,001 \cdot [(2,796 + 0,001) - (2,017 + 0,008) + 0,008] - 3140 \cdot 0,0094 \cdot 10^{-3}}{0,298 \cdot 10^{-3} \cdot 0,9617} = 37958 \text{ кДж/м}^3 \text{ (9066 ккал/м}^3\text{)}$$

1.4. Высшую удельную теплоту сгорания сухого природного газа (Q_n^c) вычисляют по формуле (8) настоящего стандарта.

$$Q_n^c = Q_b^c - \Sigma C.$$

Предварительно вычисляют содержание азотной кислоты (X_1) и серной кислоты (X_2) в смыве бомбы по формулам

$$X_1 = (V - 85,68 \cdot m_1) \cdot \frac{0,0063016}{V_b \cdot F} = (3,5 - 85,68 \cdot 0,0101) \times \\ \times \frac{0,0063016}{0,298 \cdot 10^{-3} \cdot 0,9617} = 57,9 \text{ г/м}^3 \text{ (0,0579 кг/м}^3\text{)};$$

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0,42}{V_b \cdot F} = \frac{0,0101 \cdot 0,42}{0,298 \cdot 10^{-3} \cdot 0,9617} = 14,80 \text{ г/м}^3 \text{ (0,0148 кг/м}^3\text{)}.$$

Поправку на теплоту образования и растворения азотной и серной кислот (Σq) испытуемого газа вычисляют по формуле

$$\Sigma q = 0,950 \cdot X_1 + 3,086 \cdot X_2 = 0,950 \cdot 57,9 + 3,086 \cdot 14,8 = 100,68 \text{ кДж/м}^3;$$

$$Q_n^c = 37958 - 100,68 = 37857 \text{ кДж/м}^3 \text{ (9042 ккал/м}^3\text{)}.$$

1.5. Низшую удельную теплоту сгорания сухого природного газа вычисляют по формуле (10) настоящего стандарта.

$$Q_{ni}^c = 0,905 \cdot 37857 = 34261 \text{ кДж/м}^3 \text{ (8183 ккал/м}^3\text{)}.$$

2. Пример записи результатов определения удельной теплоты сгорания попутного газа указан в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Запись отсчетов по термометру		Период	Данные для расчета
Номера 0,5 мин отсчетов	Показания термометра, деления шкалы		
0	1,848	Начальный	$C = 13,965 \text{ кДж/}^\circ\text{C}$ ($3,336 \text{ ккал/}^\circ\text{C}$) $K = 1,001 \text{ }^\circ\text{C}$ (деление) $t_1 = 1,861$ деления $\Delta n_1 = 0,008$ деления $t_2 = 2,822$ деления $t_2 = 2,960$ деления
1			
2	1,851		
3			
4	1,853		
5			
6	1,856		
7			
8	1,858		
9			
10	1,861	Занал	
		Главный	$\Delta n_2 = 0,001$ деления $q = 3140 \text{ кДж/кг}$ $m = 0,0094 \cdot 10^{-3} \text{ кг}$ $V_0 = 0,298 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3$ $P = 99,15 \text{ кПа}$ $P_1 = 3,30 \text{ кПа}$ $m_1 = 0$ $V = 3,6 \text{ см}^3$ $t = 25,7 \text{ }^\circ\text{C}$
11	2,460		
12	2,610		
13	2,780		
14	2,822		
15	2,851		
16	2,876		
17	2,895		
18	2,908		
19	2,920		
20	2,928		
21	2,936		
22	2,941		
23	2,947		
24	2,950		
25	2,952		
26	2,955		
27	2,957		
28	2,958		
29	2,960		
30	2,960		
31	2,959	Конечный	
32	2,959		
33	2,959		
34	2,959		
35	2,958		
36	2,957		
37	2,957		
38	2,957		
39	2,957		
40	2,957		

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.1. Поправку к показаниям термометра, учитывающего теплообмен калориметра с окружающей средой (Δn), вычисляют по формуле (6) настоящего стандарта.

Предварительно вычисляют критерий (a) по формуле

С. 16 ГОСТ 10062—75

$$a = \frac{t_0 - t_1}{t_2 - t_1} = \frac{2,822 - 1,861}{2,960 - 1,861} = 0,87.$$

По табл. 2 настоящего стандарта находят $z_1 = 5$; $z_2 = z - z_1 = 20 - 5 = 15$.

Вычисляют средние скорости изменения показания термометра (v_1 и v_2).

$$v_1 = \frac{1,848 - 1,861}{10} = 0,0013;$$

$$v_2 = \frac{2,960 - 2,957}{10} = +0,0003;$$

$$\Delta n = \frac{v_1 + v_2}{2} \cdot z_1 + v_2 \cdot z_2 = \frac{-0,0013 + 0,0003}{2} \times 5 + 0,0003 \cdot 15 = +0,0020$$

2.2. Удельную теплоту сгорания сухого попутного газа по бомбе (Q_6^c) вычисляют по формуле (5) настоящего стандарта.

Предварительно определяют коэффициент (F) по формуле

$$F = \frac{(P - P_1)(273 + 20)}{760 \cdot (273 + t)} = \frac{(743,7 - 24,76) \cdot (273 + 20)}{760 \cdot (273 + 25,7)} = 0,9279.$$

$$Q_6^c = \frac{13,965 \cdot 1,001 \cdot [(2,960 + 0,001) - (1,861 + 0,008) + 0,0020] - 3140 - 0,0094 \cdot 10^{-3}}{0,298 \cdot 10^{-3} \cdot 0,9279} =$$

$$= 55203 \text{ кДж/м}^3 \text{ (13185 ккал/м}^3\text{)}.$$

2.3. Высшую удельную теплоту сгорания сухого попутного газа (Q_6^c) вычисляют по формуле (8) настоящего стандарта

$$Q_6^c = Q_6^c - \Sigma C.$$

Предварительно вычисляют содержание азотной кислоты (X_1) и серной кислоты (X_2) в смыве бомбы по формулам

$$X_1 = (V - 85,68 \cdot m_1) \cdot \frac{0,0063016}{V_0 \cdot F} = (3,6 - 85,68 \cdot 0) \times$$

$$\times \frac{0,0063016}{0,298 \cdot 10^{-3} \cdot 0,9279} = 82,05 \text{ г/м}^3 \text{ (0,08205 кг/м}^3\text{);}$$

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 0,42}{V_0 \cdot F} = \frac{0 \cdot 0,42}{0,298 \cdot 10^{-3} \cdot 0,9279} = 0.$$

Поправку на теплоту образования и растворения азотной и серной кислот (Σq) испытуемого газа вычисляют по формуле

$$\Sigma q = 0,950 \cdot X_1 + 3,086 \cdot X_2 = 0,950 \cdot 82,05 + 3,086 \cdot 0 = 77,95 \text{ кДж/м}^3.$$

$$Q_6^c = 55203 - 77,95 = 55125 \text{ кДж/м}^3 \text{ (13166 ккал/м}^3\text{)}.$$

2.4. Низшую удельную теплоту сгорания сухого попутного газа вычисляют по формуле (11) настоящего стандарта

$$Q_6^{c^*} = 0,9152 \cdot Q_6^c = 0,9152 \cdot 55125 = 50450 \text{ кДж/м}^3 \text{ (12050 ккал/м}^3\text{)}.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 2. (Исключено, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством энергетики и электрификации СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 04.07.75 № 1705
3. ВЗАМЕН ГОСТ 10062—62
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	1.1
ГОСТ 3118—77	1.1
ГОСТ 4108—72	1.1
ГОСТ 4233—77	1.1
ГОСТ 4328—77	1.1
ГОСТ 5583—78	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 12026—76	1.1
ГОСТ 23932—90	1.1
ГОСТ 24104—88	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 28498—90	1.1
МИ 2096—2003	2.1.3, 4.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)
6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1983 г., апреле 1986 г., июне 1988 г. (ИУС 6—83, 7—86, 11—88)

ГАЗЫ ПРИРОДНЫЕ ГОРЮЧИЕ

Метод определения удельной теплоты сгорания

Natural combustible gases. Method for
determination of specific heat of combustionГОСТ
10062—75МКС 75.060
ОКСТУ 0270

Дата введения 01.07.76

Настоящий стандарт распространяется на природные и попутные горючие газы и устанавливает метод определения удельной теплоты сгорания.

Сущность метода заключается в сжигании в калориметрической бомбе (при постоянном объеме) в среде сжатого кислорода определенного объема газа, обуславливаемого вместимостью данной бомбы, атмосферным давлением, температурой и остаточным давлением газа в бомбе, и определении количества тепла, выделившегося при сгорании газа, а также при образовании и растворении в воде азотной и серной кислот при испытании.

Допускается определять удельную теплоту сгорания смеси природных и попутных горючих газов и искусственным (коксовый, газы крекинга и другие) при массовой доле природных горючих газов в смеси не менее 70 % и при низшей удельной теплоте сгорания смеси не менее 27210 кДж/м³ (6500 ккал/м³).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения удельной теплоты сгорания применяются:

калориметр сжигания с бомбой, жидкостной типа В-08М, В-08МА или другой калориметр, обеспечивающий получение результатов определения в пределах допускаемых расхождений, указанных в п. 4.5;

термометры ртутные постоянного наполнения (калориметрические) и переменного наполнения с ценой деления 0,01 °С;

термометры ртутные должны быть проверены соответствующим поверочным учреждением через каждые 0,5 °С, при этом поправки должны быть приведены с погрешностью не более 0,001 °С;

термометр ртутный лабораторный по ГОСТ 28498, с пределами измерения от 0 °С до 50 °С;

редуктор кислородный с одним манометром высокого давления: на 24,5—29,4 МПа (250—300 кгс/см²) — для измерения давления в кислородном баллоне и двумя манометрами низкого давления: на 2,9—3,4 МПа (30—35 кгс/см²) предельное давление 4,9—6,9 МПа (50—70 кгс/см²) для измерения давления в бомбе при наполнении ее кислородом для сжигания бензойной кислоты и на 1,0—1,5 МПа (10—15 кгс/см²) предельное давление 2,5—2,9 МПа (25—30 кгс/см²) для измерения давления в бомбе при наполнении ее кислородом для сжигания газа. При отсутствии редуктора манометра низкого давления устанавливают на специальных стойках, имеющих игольчатый клапан и предохранительный клапан, который должен быть отрегулирован на указанные выше предельные давления. Манометр вместе с соединительными трубками должен подвергаться гидравлическому испытанию не реже одного раза в год.

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

трубки медные целнотянутые с внутренним диаметром 1,0—1,5 мм, с толщиной стенок 0,5—1,0 мм, с припаянными к ним ниппелям;

С. 2 ГОСТ 10062—75

барометр мембранный метеорологический;
секундомер или зуммер;
весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 10 кг по ГОСТ 24104*;
плитка электрическая;
склянки с тубусом по ГОСТ 25336, вместимостью 10—20 и 2—5 дм³;
эксикатор по ГОСТ 25336;
колбы для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 23932, вместимостью 1000 и 2000 см³;
посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 25336;
стаканы вместимостью 400—600 см³;
колбы типов К и П, вместимостью 500, 1000, 2000 и 4000 см³;
приборы мерные лабораторные стеклянные по НТД, бюретки вместимостью 25 и 50 см³, пипетки вместимостью 1 и 10 см³;
насос масляный или водоструйный;
противешки фарфоровые по размерам дна бомбы;
гидроокись натрия по ГОСТ 4328, ч. д. а., 0,1 н. раствор;
кислота соляная по ГОСТ 3118;
метилоранжевый (индикатор), 0,02%-ный раствор;
фенолфталеин (индикатор), 1 %-ный спиртовой раствор;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, 3 %-ный раствор;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
натрий хлористый по ГОСТ 4233, 22 %-ный раствор;
барий хлористый по ГОСТ 4108, 10 %-ный раствор;
кальций хлористый, безводный;
бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
кислород по ГОСТ 5583, полученный методом глубокого охлаждения воздуха; не допускается применение кислорода, полученного электролизом воды; при работе со сжатым кислородом необходимо соблюдать действующие правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением;
проволока для запала (железная, никелиновая, константановая или медная мягкая) диаметром 0,1—0,2 мм, длиной 60—120 мм (в зависимости от устройства внутренней арматуры бомбы и системы запала); 10—15 отрезков проволоки взвешивают вместе и вычисляют среднюю массу одного отрезка;
удельная теплота сгорания проволоки;
для железной — 6690 кДж/кг (1600 ккал/кг),
для никелиновой — 3245 кДж/кг (775 ккал/кг),
для константановой — 3140 кДж/кг (750 ккал/кг),
для медной — 2510 кДж/кг (600 ккал/кг).
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Удельная теплота сгорания должна определяться в отдельной комнате площадью 10—12 м², защищенной от прямого действия солнечных лучей, с малыми колебаниями температуры и влажности воздуха. В комнате для определения удельной теплоты сгорания не должно быть установок, интенсивно излучающих тепло и создающих сильный поток воздуха.

Помещение для установки газгольдера должно быть оборудовано водопроводом, стоком воды, вентиляцией и необходимыми противоположными средствами.

2.1.1. Вместимость калориметрической бомбы определяют заполнением ее водой и взвешиванием бомбы до и после заполнения.

Вместимость бомбы должны определять не реже одного раза в шесть месяцев и каждый раз после замены или ремонта деталей бомбы.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

2.1.2. Перед определением вместимости бомбы берут 2—3 дм³ свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды и оставляют ее в закрытом сосуде на сутки для принятия ею температуры окружающей среды.

2.1.3. Герметичность калориметрической бомбы определяют по МИ 2096.

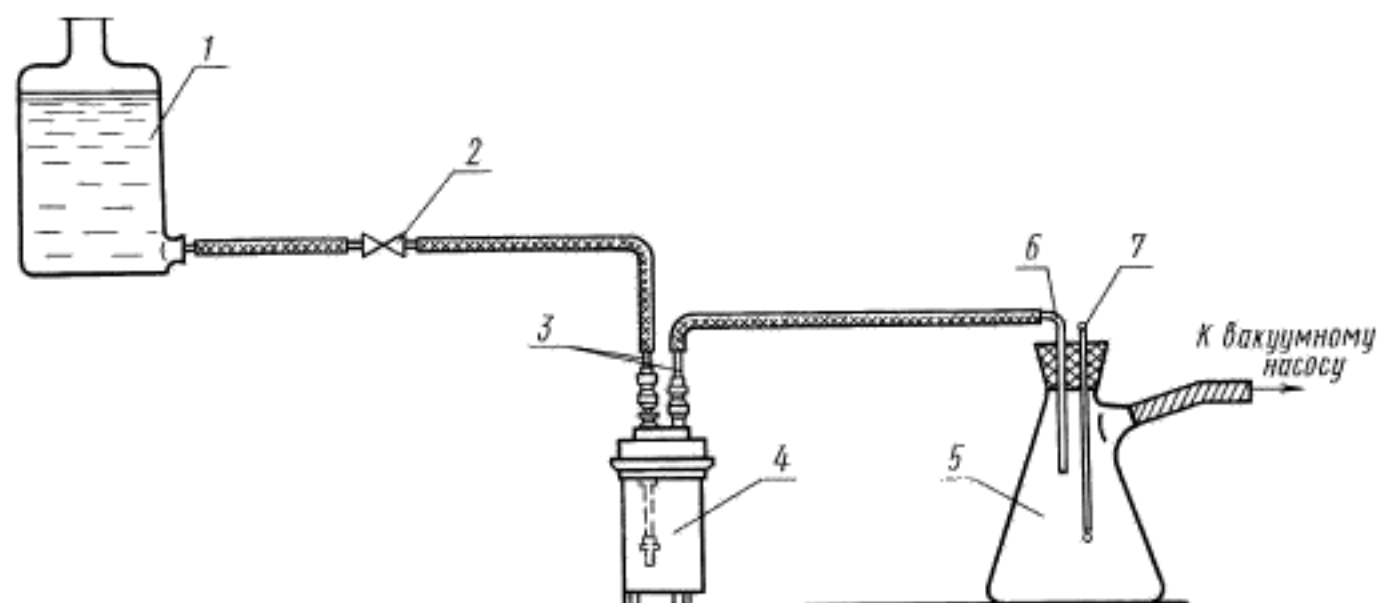
2.1.4. Внутреннюю поверхность бомбы и крышки очищают, промывая их сначала подкисленной, потом щелочной, а затем горячей дистиллированной водой и хорошо просушивают бомбу и крышку. Отверстия вентиляей тщательно протирают фильтровальной бумагой. Для полноты просушки помещают на дно бомбы противешок с безводным хлористым кальцием и оставляют бомбу на 1 ч с полуоткрытыми вентиляями и полузавинченной крышкой.

2.1.5. Запальную проволоку прикрепляют к электродам внатяжку, не применяя в данном случае чашечки. Крышку бомбы завинчивают сначала вручную, а затем ключом и взвешивают бомбу с погрешностью не более 0,1 г (без резьбовых пробок, закрывающих отверстия вентиляей, и без клемм запала).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.1.6. Для определения вместимости калориметрической бомбы собирают систему приборов по схеме (черт. 1).

Схема определения вместимости калориметрической бомбы



Черт. 1

Напорную склянку с тубусом 1 вместимостью 2—5 дм³ помещают на высоте около 1,0 м над уровнем стола. Калориметрическую бомбу 4, подготовленную и взвешенную, устанавливают в подставке, обращая впускной вентиль бомбы с длинной продувочной трубкой в сторону склянки с тубусом и привинчивают к обоим отверстиям вентиляей металлические трубки с ниппелями 3, обязательно снабжая их фибровыми прокладками для обеспечения герметичности.

Колбу для фильтрации под вакуумом 5 вместимостью 1—2 дм³ закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями, в которые вставляют: изогнутую толстостенную стеклянную трубку 6 и термометр 7 на 50 °С; конец трубки должен быть опущен несколько ниже тубуса колбы. Тубус колбы для фильтрации под вакуумом обращают в сторону масляного вакуумного насоса. При отсутствии масляного насоса он может быть заменен сильным водоструйным насосом.

Соединяют резиновыми трубками бомбу с напорной склянкой и с колбой для фильтрации под вакуумом. Тубус колбы для фильтрации соединяют резиновой трубкой с вакуумным насосом. На соединительной трубке, ведущей от напорной склянки к бомбе, устанавливают винтовой зажим 2.

2.1.7. Закрывают оба вентиля бомбы и зажим на соединительной трубке. Напорную склянку наполняют приготовленной прокипяченной и охлажденной водой.

Открывают выпускной вентиль бомбы на 3—4 поворота и включают вакуумный насос, и начинают отсос воздуха из бомбы. Через 10 мин, не включая насоса, открывают на 3—4 поворота впускной

С. 4 ГОСТ 10062—75

вентиль бомбы и зажим на соединительной трубке. При этом вода из напорной склянки начинает поступать в бомбу, а затем вместе с пузырьками воздуха в колбу для фильтрования. Не прекращая отсоса воздуха, поворачивают бомбу несколько раз в наклонное положение в разных направлениях, чтобы предотвратить задержку отдельных пузырьков воздуха. После установления сплошной струи воды отсос воздуха продолжают еще 10 мин. После этого закрывают у бомбы сначала выпускной вентиль, затем впускной и зажим на соединительной трубке и отключают вакуумный насос.

2.1.8. Записав температуру воды в колбе для фильтрования, бомбу разъединяют с системой приборов, тщательно вытирают ее и отверстия вентиляей и взвешивают бомбу с погрешностью не более 0,1 г. Массу воды в бомбе вычисляют по разности массы бомбы с водой и массы пустой бомбы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.1.9. Вместимость калориметрической бомбы (V_0), м³, вычисляют по формуле

$$V_0 = K_1 (m_0 - m_a) \cdot 10^{-3}, \quad (1)$$

где m_0 — масса бомбы с водой, кг;

m_a — масса бомбы с воздухом, кг;

K_1 — коэффициент для перевода массы воды в объем при температуре опыта, указанный в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Т а б л и ц а 1

Температура воды, °С	Коэффициент K_1	Температура воды, °С	Коэффициент K_1
14	1,0020	23	1,0036
15	1,0021	24	1,0039
16	1,0023	25	1,0041
17	1,0024	26	1,0044
18	1,0026	27	1,0047
19	1,0028	28	1,0049
20	1,0030	29	1,0052
21	1,0032	30	1,0055
22	1,0034		

2.1.10. Вместимость калориметрической бомбы вычисляют как среднеарифметическое результатов пяти определений, расхождение между наибольшим и наименьшим значениями которых не должно превышать $0,5 \cdot 10^{-6}$ м³.

2.1.11. Калориметрическую бомбу с полувинченными вентилями и крышкой бомбы, предназначенную для работы с газом, оставляют всегда с осушающим реактивом на дне стакана.

2.2. Продувка и заполнение калориметрической бомбы испытываемым газом.

2.2.1. Продувка и заполнение калориметрической бомбы газом могут осуществляться из любого источника газа: газопровода, газгольдера, пипетки, баллона под давлением и других. Газ из газопровода при избыточном давлении не выше 0,098 МПа (1 ати) и газгольдера отбирают газоотборной трубкой из нержавеющей стали, оборудованной двумя кранами, расположенными за точками отбора пробы, один из которых служит для продувки газоотборной линии в атмосферу в течение такого времени, чтобы сменился 10—15-кратный объем газа; другой для отбора газа на испытание. При избыточном давлении в газопроводе выше 0,098 МПа (1 ати) на газоотборной линии перед отбором газа устанавливают редуктор для снижения избыточного давления до 0,0098—0,0490 МПа (0,1—0,5 ати). При отсутствии подвода газа в помещение лаборатории пробу газа отбирают в металлические двухвентильные пробоотборники под давлением, соответствующим давлению в месте отбора, откуда потом газ вытесняется 22 %-ным раствором хлористого натрия или водой, насыщенной газом.

2.2.2. При продувке из металлических газовых пипеток вместимостью 10—12 дм³, изготовленных из устойчивого к окислению металла и снабженных с обоих концов трехходовыми или одноходовыми кранами, напорной склянкой служит склянка с тубусом вместимостью 10—20 дм³.

2.2.3. Для заполнения газовой пипетки ее устанавливают в подставке в вертикальном положении, соединяют резиновой трубкой нижний кран пипетки с краном водопровода и заполняют пипетку водой. По заполнении пипетки закрывают оба крана и разъединяют ее с водопроводом.

Оставляя заполненную водой пипетку в подставке в вертикальном положении, соединяют ее верхний кран резиновой трубкой со штуцером, ведущим от газопровода или газгольдера, и, поворачи-

вая трехходовой или серповидный кран на атмосферу, продувают соединительную трубку газом. Газопровод должен быть предварительно продут в атмосферу.

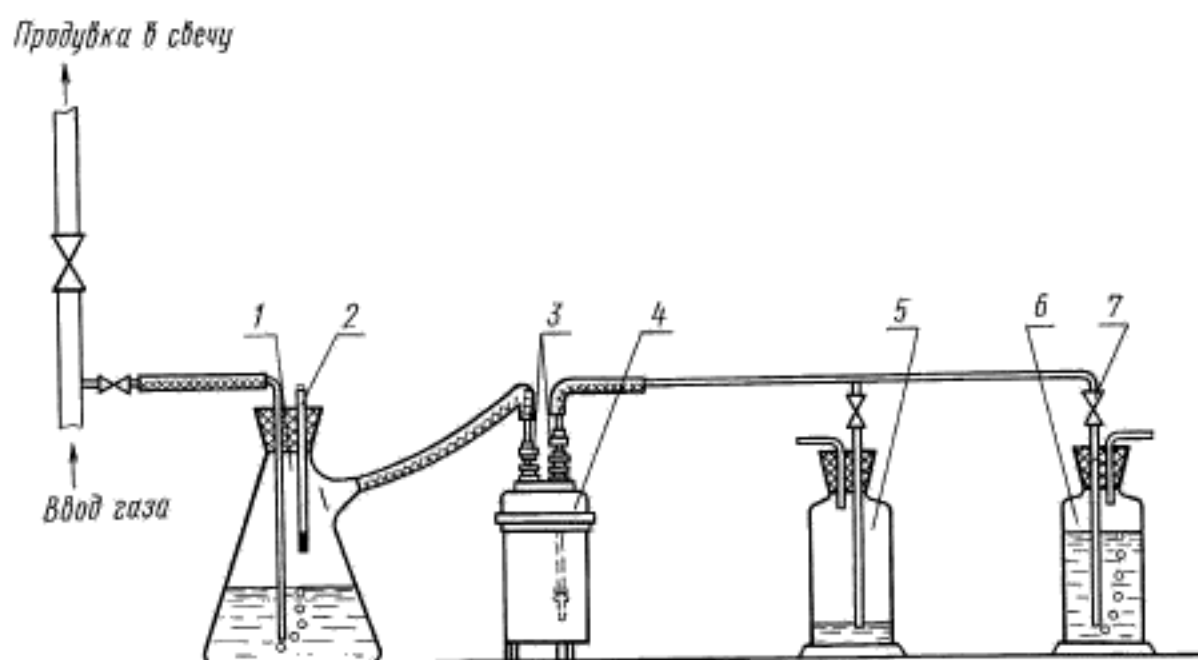
Установив небольшую струю газа, открывают нижний кран пипетки и заполняют ее газом, постепенно сливая воду из пипетки небольшой струей. Когда вся вода будет удалена, продувают пипетку газом еще в течение 3—5 мин, после этого закрывают нижний кран. Не прекращают подачу газа еще в течение 2—3 мин, чтобы создать некоторое давление газа в пипетке и этим предохранить от подсоса воздуха в нее извне.

Затем закрывают верхний кран пипетки и разъединяют ее с источником газа.

Если количество газа не ограничено, то газовую пипетку можно заполнять газом без предварительного заполнения водой, но с предварительной продувкой ее газом в течение 2 ч.

2.2.4. Для продувки и заполнения бомбы газом собирают установку (черт. 2), состоящую из увлажнителя газа 1, представляющего собой колбу для фильтрования под вакуумом вместимостью 1000—2000 мл, залитую водой на 70—80 мм ее высоты, применяемого для насыщения газа водяными парами; термометра 2 на 50 °С с ценой деления шкалы 0,1 °С; металлических трубок с ниппелями 3; calorиметрической бомбы 4; контрольной склянки 5 вместимостью 100—150 см³, заполненной водой так, чтобы конец капиллярной трубки был опущен в воду на 1—2 мм, служащий для уравнивания давления газа в calorиметрической бомбе с атмосферным давлением при ее заполнении; счетчика пузырьков газа 6, заполненного водой на $\frac{2}{3}$ его объема; стеклянного крана 7.

Схема продувки и заполнения calorиметрической бомбы



Черт. 2

2.3. Продувка и заполнение calorиметрической бомбы газом из газопровода, газгольдера или баллона под давлением.

2.3.1. Открывают кран газопровода (газгольдера, баллона), ведущий в атмосферу, и продувают газопровод в течение 20—30 мин.

2.3.2. К электродам calorиметрической бомбы прикрепляют запальную проволоку внатяжку и, не наливая на дно стакана воды и не применяя calorиметрической чашечки, заворачивают крышку бомбы сначала от руки, затем ключом.

Примечание. Бомбу наполняют газом через выходной вентиль. Перед каждым наполнением бомбы газом проверяют ее на герметичность по п. 2.1.3. После проверки кислород выпускают из бомбы и, не открывая крышки, включают ее в систему приборов.

2.3.3. Вентили обоих отверстий у бомбы открывают на один-два поворота и закрывают кран, ведущий в контрольную склянку. С помощью резиновой трубки соединяют штуцер у крана газопровода, ведущего газ в помещение лаборатории, с увлажнителем газа.

Затем, прикрывая на несколько поворотов продувочный кран газопровода и слегка приоткрывая кран, ведущий газ в лабораторию, устанавливают скорость поступления газа через увлажнитель таким образом, чтобы можно было подсчитать пузырьки газа при прохождении их через воду (130—150 см³/мин).

При продувке наблюдают, чтобы скорость прохождения газа через увлажнитель и счетчик пузырьков была примерно одинакова.

Стеклянные трубки в увлажнителе и счетчике пузырьков газа должны быть одинакового сечения. Если через счетчик пузырьков газ проходит заметно медленнее, чем через увлажнитель, следует проверить герметичность в местах соединений резиновыми трубками, а также герметичность самих трубок и прокладок у ниппелей.

Поджигать газ на выходе из продувочной установки не допускается. Следует отводить газ резиновой трубкой в тягу или на воздух и не допускать зажигания огня в помещении во время продувки бомбы газом.

При отборе газа из газопровода продувку бомбы ведут по времени, считая, что для полноты удаления воздуха из нее достаточно 1 ч.

2.3.4. Не прекращая продувки газа, проверяют вентили у бомбы, устанавливая их в такое положение, чтобы они могли быть закрыты одним поворотом ключа. После этого открывают стеклянный кран у контрольной склянки, переключая таким образом ток газа со счетчика пузырьков на контрольную склянку, и продувают газ еще в течение 3—5 мин.

2.3.5. Подачу газа в бомбу прекращают, плотно закрывая сначала впускной вентиль бомбы, а затем вентиль газопровода, ведущий газ в лабораторию. Держа наготове ключ у второго вентиля, наблюдают за выделением пузырьков газа в контрольной склянке. При избыточном давлении газа в бомбе, по сравнению с атмосферным, пузырьки газа будут выходить из бомбы через капиллярную трубку.

Выждав 1—2 с (до прекращения выделения пузырьков газа), закрывают выпускной вентиль бомбы. Подтянув затем (для проверки) оба вентиля до отказа, замечают температуру газа t по термометру в увлажнителе с погрешностью не более 0,1 °С и атмосферное давление P по барометру и разъединяют бомбу с системой приборов.

П р и м е ч а н и е. При отборе средней пробы газа в газгольдер продувку и заполнение бомбы газом ведут или непосредственно из газгольдера (подобно продувке из газопровода, как описано выше) или отбирают сначала пробу из газгольдера в металлическую пипетку для последующей продувки и заполнения бомбы газом из пипетки, как описано ниже.

2.4. Продувка и заполнение калориметрической бомбы газом из пипетки

2.4.1. Металлическую газовую пипетку устанавливают в подставке в вертикальном положении, соединяют резиновой трубкой нижний кран пипетки с напорной склянкой, установленной на высоте около 1 м над уровнем стола. Трехходовой или серповидный кран пипетки открывают на атмосферу и, ослабив зажим на соединительной трубке, спускают часть воды из напорной склянки для удаления из резиновой трубки воздуха. Когда струя воды станет сплошной, поворачивают кран на соединение трубки с пипеткой.

При наличии у пипетки одноходовых кранов капилляр нижнего крана заполняют водой для удаления воздуха, затем удаляют воздух из резиновой трубки, спуская часть воды из напорной склянки, и когда струя воды станет сплошной, присоединяют трубку к нижнему крану пипетки.

Верхний кран пипетки соединяют с увлажнителем, а последний — с бомбой, которую в свою очередь соединяют с контрольной склянкой и счетчиком пузырьков. Бомбу предварительно готовят по п. 2.3.2.

Затем открывают верхний кран пипетки и начинают продувку бомбы газом из пипетки по п. 2.3.3.

Продолжительность продувки в данном случае устанавливается не по времени, а по количеству пропущенного газа. Для полноты продувки берется 14—15-кратный объем бомбы, т. е., считая вместимость бомбы примерно 300 см³, берется 4,0—4,5 дм³ газа.

Заполнение бомбы газом проводят в соответствии с п. 2.3.4 и 2.3.5.

2.5. Заполнение калориметрической бомбы кислородом

2.5.1 Бомбу, заполненную газом с плотно закрытыми вентилями, переносят к кислородному баллону и устанавливают в подставке.

2.5.2. Редуктор с манометром низкого давления на 1,0—1,5 МПа (10—15 кгс/см²) устанавливают на кислородном баллоне, проверяют положение регулировочного винта на редукторе, открывают вентиль у кислородного баллона и по манометру высокого давления определяют давление кислорода в баллоне.

Затем, установив с помощью регулировочного винта манометр на требуемое давление 0,6—0,8 МПа (6—8 кгс/см²), продувают сначала кислородопроводящую трубку, после этого, не прекращая тока кислорода, присоединяют ее к бомбе.

Затем открывают вентиль у бомбы. Стрелка на манометре низкого давления сначала падает, а затем, по мере заполнения бомбы кислородом, поднимается. Когда стрелка покажет требуемое давление, а именно: при анализе природных газов метанового характера 0,6—0,7 МПа (6—7 кгс/см²); при анализе газов, содержащих высшие гомологи метана 0,7—0,8 МПа (7—8 кгс/см²), закрывают сначала вентиль у бомбы, затем вентиль у кислородного баллона и разъединяют бомбу с редуктором.

Примечание. Если при сжигании испытуемого газа получается сильный хлопок с резким повышением температуры, анализ повторяют, увеличив давление кислорода в калориметрической бомбе еще на 0,1—0,2 МПа (1—2 кгс/см²).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Определение удельной теплоты сгорания газа в бомбе

3.1.1. Бомбу устанавливают на дно сосуда. Сосуд заливают дистиллированной водой с расчетом полного погружения бомбы, закрывают крышкой и взвешивают на технических весах с погрешностью не более 0,5 г. Допускается взвешивание сосуда с водой без бомбы. Масса сосуда с водой и бомбой должна быть постоянной во всей серии опытов.

3.1.2. Сосуд с водой и бомбой ставят в оболочку калориметра на изоляционную подставку. Оболочку обязательно заземляют через контакт «Земля». Попадание воды и других веществ в зазор между сосудом и оболочкой не допускается.

3.1.3. К сосуду подключают электроразъем нагревателя и два штырьковых контакта цепи зажигания. Оболочку закрывают крышкой, ось мешалки сосуда соединяют с ведущим валом двигателя. К двигателю подключают электроразъем. Термометр устанавливают так, чтобы глубина погружения в калориметр относительно верхней поверхности крышки оболочки была 180 мм.

Температуру воды в калориметрическом сосуде при помощи нагревателя или охлаждающего змеевика устанавливают $25 \pm 0,2$ °С. Включают мешалки сосуда и оболочки. Температура воды в оболочке должна быть на 0,3 °С — 0,5 °С выше температуры воды сосуда перед началом опыта. Температура воды в оболочке поддерживается на протяжении всего опыта.

Примечание. В калориметрах, не имеющих регулировки температуры воды в сосуде и оболочке, перед началом опыта температура воды в сосуде устанавливается на 0,3 °С — 0,5 °С ниже температуры воды в оболочке.

3.1.4. Температуру помещения замеряют вблизи калориметрической установки. При перемешивании воды в калориметре температура всех частей калориметрической системы начинает выравниваться, а затем устанавливается равномерное повышение температуры в калориметре. Не ранее чем через 10 мин после начала перемешивания воды записывают температуру воды в калориметрическом сосуде (нулевой отсчет).

После этого в течение всего испытания (через 1 или 0,5 мин) замеряют по термометру температуру в калориметре и выражают ее в целых и дольных частях наибольшего (основного) деления шкалы термометра. Тысячные доли градуса отсчитывают делением на глаз на десять равных частей промежутка между двумя соседними делениями термометра с помощью двойной лупы.

Для преодоления влияния капиллярных сил, препятствующих равномерному перемещению мениска ртути, перед каждым отсчетом температуры (кроме отсчетов при быстром подъеме температуры в главном периоде) в течение 5 с проводят легкое постукивание по термометру с помощью вибратора или концом тонкой палочки, на которую надета резиновая трубка.

Пример записи полученных данных и внесения в них необходимых поправок указан в приложении 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.5. Все испытания разделяют на три периода:

начальный — предшествует сжиганию навески и служит для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях начальной температуры испытания;

главный — в котором происходит сгорание навески вещества, передача выделившегося тепла всей калориметрической системе и выравнивание температуры всех ее частей;

конечный — служит для учета теплообмена калориметрической системы с окружающей средой в условиях конечной температуры опыта.

Температуру по термометру отсчитывают в целых и дольных частях деления шкалы.

3.1.6. В начальном периоде опыта проводят шесть отсчетов по термометру через 1 мин. При шестом отсчете температуры замыкают цепь электрического тока на 1—2 с напряжением 8—12 В и сжигают газ. За последним отсчетом начального периода непосредственно следует первый 0,5 мин интервал главного периода.

Замеры показания термометра снимаются по сигналу зуммера или секундомера.

После замыкания электрического тока проводят отсчеты температуры через каждые 0,5 мин (главный период) с погрешностью не более: 0,1 деления — при повышении температуры за 0,5 мин более чем на 0,5 деления;

0,01 деления — при повышении температуры за 0,5 мин от 0,1 до 0,5 деления;

0,001 деления — при повышении температуры за 0,5 мин менее чем на 0,1 деления.

Первый отсчет температуры в главном периоде проводят непосредственно через 0,5 мин, после последнего отсчета в начальном периоде. Этот интервал между отсчетами является первым интервалом главного периода.

Главный период считают законченным с наступлением равномерного изменения температуры воды в калориметрической системе, 0,5 мин интервал с равномерным изменением температуры относят к конечному периоду.

При затруднениях с определением конца главного периода 0,5 мин интервал с результатами отсчета, вызывающими сомнение в равномерности изменения температуры, относят к главному периоду, увеличив таким образом его продолжительность на один-два 0,5 мин интервала.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.1.7. За последним отсчетом главного периода непосредственно следует первый 0,5 мин интервал конечного периода. Всего к конечному периоду относят десять отсчетов температуры, следующих через 0,5 мин и показывающих равномерное изменение температуры калориметрической системы, характеризующее теплообмен ее с окружающей средой в условиях конечного периода испытания. Отсчеты проводят с погрешностью не более 0,001 °С.

3.1.8. По окончании испытания выключают электродвигатель, приводящий в движение мешалку, снимают крышку калориметра, приподнимают (или вынимают) термометр, вытирают его насухо и отключают провода от зажимов бомбы, вынимают бомбу из калориметрического сосуда и вытирают ее снаружи. Открывают выпускной вентиль и медленно в течение 4—5 мин выпускают газ.

Затем отвинчивают крышку бомбы и тщательно осматривают внутреннюю поверхность бомбы и крышки. При наличии сажистого налета на внутренней поверхности или арматуре бомбы данное определение удельной теплоты сгорания считают недействительным и повторяют его заново.

3.1.9. При отсутствии сажистого налета внутреннюю поверхность бомбы, крышку с газопроводной трубкой, оба вентиля тщательно промывают горячей дистиллированной водой. Промывные воды (150—200 см³) собирают в стеклянный стакан. Содержимое стакана (смыв бомбы) подвергают анализу для определения количества образовавшихся азотной и серной кислот.

После этого бомбу и крышку хорошо протирают, отверстия вентилях просушивают фильтровальной бумагой, продувают кислородом и оставляют бомбу с осушающим реактивом с полузавинченными вентилями и крышкой на время подготовки к следующему определению.

3.2. Определение высшей удельной теплоты сгорания газа

3.2.1. Для определения высшей удельной теплоты сгорания необходимо установить массовую концентрацию серной кислоты, образующейся при сгорании сероводорода газа, азотной кислоты, образующейся при окислении азота, содержащегося в испытуемом газе и в кислороде, взятом для сжигания газа, и вычисление поправки на теплоту образования и растворения серной и азотной кислот.

3.2.2. Определение массовой концентрации азотной и серной кислот.

Полученный смыв бомбы кипятят в течение 5 мин в стакане, накрытом часовым стеклом, титруют 0,1 н. раствором едкого натра с добавлением двух капель раствора фенолфталеина до появле-