

---

---

**Топливо твердое минеральное.  
Определение высшей теплоты  
сгорания методом калориметрической  
бомбы и вычисление низшей теплоты  
сгорания**

**iTeh STA** *Solid mineral fuels – Determination of gross calorific value by the bomb  
calorimetric method and calculation of net calorific value*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 1928:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46721010-15df-45cb-ba12-dce7bda22286/iso-1928-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 1928:2009(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 1928:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46721010-15df-45cb-ba12-dce7bda22286/iso-1928-2009>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail copyright @ iso.org

Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины, определения и обозначения.....	2
3.1 Термины и определения .....	2
3.2 Обозначения.....	3
4 Сущность метода.....	5
4.1 Высшая теплота сгорания .....	5
4.2 Низшая теплота сгорания .....	6
5 Реактивы .....	6
6 Аппаратура.....	8
7 Приготовление пробы для испытания.....	11
8 Калориметрический метод .....	12
8.1 Общие положения .....	12
8.2 Подготовка бомбы к измерению .....	14
8.3 Сборка калориметра .....	14
8.4 Измерение реакции горения и температуры.....	15
8.5 Анализ продуктов горения .....	15
8.6 Исправленный подъем температуры .....	16
8.7 Стандартная температура.....	18
9 Калибровка .....	18
9.1 Принцип.....	18
9.2 Вещество, используемое для калибровки (калибрانت).....	18
9.3 Действительный рабочий диапазон эффективной теплоемкости .....	19
9.4 Дополнительные вклады .....	20
9.5 Процедура калибровки.....	20
9.6 Расчет эффективной теплоемкости для индивидуального испытания .....	20
9.7 Прецизионность среднего значения эффективной теплоемкости .....	22
9.8 Повторное определение эффективной теплоемкости .....	23
10 Высшая теплота сгорания .....	23
10.1 Общие положения .....	23
10.2 Сжигание углей .....	23
10.3 Сжигание кокса.....	24
10.4 Расчет высшей теплоты сгорания .....	24
10.5 Обработка результатов.....	26
10.6 Расчет на основе других состояний топлива .....	27
11 Прецизионность.....	27
11.1 Предел повторяемости (сходимости) .....	27
11.2 Предел воспроизводимости .....	27
12 Расчет низшей теплоты сгорания .....	27
12.1 Общие положения .....	27
12.2 Расчеты .....	28
13 Протокол испытания.....	30
Приложение А (нормативное) Адиабатические калориметры с бомбой.....	31

Приложение В (нормативное) Калориметры с бомбой с изотермической или статической оболочкой.....	35
Приложение С (нормативное) Автоматизированные калориметры с бомбой .....	40
Приложение D (информативное) Перечень операций для плана и процедур испытаний по сжиганию .....	43
Приложение E (информативное) Примеры для иллюстрации расчетов, использованных в данном международном стандарте.....	48
Приложение F (информативное) Безопасное использование, техническое обслуживание и испытания калориметрических бомб .....	53
Библиография .....	59
Алфавитный указатель .....	60

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 1928:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46721010-15df-45cb-ba12-dce7bda22286/iso-1928-2009>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

ISO 1928 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 27, *Твердое минеральное топливо*, Подкомитетом SC 5, *Методы анализа*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 1928:1995) после технического пересмотра.



# Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания методом калориметрической бомбы и вычисление низшей теплоты сгорания

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Строгое следование всем положениям, предписанным данным международным стандартом, гарантирует профилактику взрыва калориметрической бомбы или выброса ее содержимого, при условии, что бомба правильно спроектирована и сконструирована и находится в хорошем механическом состоянии.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения высшей теплоты сгорания твердого минерального топлива при постоянном объеме и при стандартной температуре 25 °С в калориметрической бомбе, калиброванной при сжигании аттестованного образца бензойной кислоты.

Полученный результат представляет собой высшую теплоту сгорания анализируемой пробы при постоянном объеме, считая, что вся вода продуктов сгорания находится в форме жидкости. На практике топливо сжигают при постоянном (атмосферном) давлении, и вода не конденсируется, а удаляется в виде пара с дымовыми газами. В таких условиях рабочая теплота сгорания представляет собой низшую теплоту сгорания топлива при постоянном давлении. Также можно использовать низшую теплоту сгорания при постоянном объеме; формулы приводятся для расчета обоих значений.

Общие принципы и процедуры калибровки для испытаний топлива представлены в основном тексте стандарта, тогда как касающиеся конкретного типа калориметрического прибора описаны в Приложениях А - С. Приложение D включает контрольные таблицы по калибровке и испытаниям топлива с использованием установленных типов калориметров. В Приложении E приведены примеры, иллюстрирующие некоторые вычисления.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Дескрипторы: твердое топливо, уголь, кокс, испытания, определение, теплота сгорания, правила вычисления, калориметрия.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 651, *Термометры палочные калориметрические*

ISO 652, *Термометры с закрытой шкалой калориметрические*

ISO 687, *Твердое минеральное топливо. Кокс. Определение содержания влаги в образце для общего анализа*

ISO 1770, *Термометры палочные общего назначения*

ISO 1771, *Термометры с закрытой шкалой общего назначения*

ISO 5068-2, *Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 2. Косвенный весовой метод определения содержания влаги в пробе для анализа*

ISO 11722, *Твердые минеральные топлива. Каменный уголь. Определение влажности образца для общего анализа путем сушки в азоте*

ISO 17247, *Уголь. Полный анализ*

### 3 Термины, определения и обозначения

#### 3.1 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

##### 3.1.1

##### **высшая теплота сгорания при постоянном объеме** **gross calorific value at constant volume**

абсолютное значение удельной энергии сгорания единицы массы твердого топлива, сжигаемого в среде кислорода в калориметрической бомбе в установленных условиях

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Предполагается, что остаточными продуктами являются газы: кислород, азот, диоксид углерода и диоксид серы, а также вода в виде жидкости (которая находится в равновесии с водяным паром), насыщенная диоксидом углерода в условиях реакций, протекающих в калориметрической бомбе, и твердая зола, причем все процессы ведутся при стандартной температуре.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Высшая теплота сгорания выражается в джоулях.

##### 3.1.2

##### **высшая теплота сгорания при постоянном давлении** **gross calorific value at constant pressure**

абсолютное значение удельной энергии сгорания единицы массы твердого топлива, сжигаемого в среде кислорода в калориметрической бомбе при постоянном давлении, а не при постоянном объеме

ПРИМЕЧАНИЕ Водород в составе топлива при реакции с газообразным кислородом образует воду в виде жидкости, что приводит к уменьшению объема системы. При реакции углерода в составе топлива с газообразным кислородом образуется равный объем газообразного диоксида углерода и, следовательно, при сгорании углерода изменения объема не происходит. Кислород и азот в составе топлива увеличивают объем.

##### 3.1.3

##### **низшая теплота сгорания при постоянном объеме** **net calorific value at constant volume**

абсолютное значение удельной энергии сгорания единицы массы твердого топлива, сжигаемого в среде кислорода в условиях постоянного объема, таким образом, что вся вода продуктов реакции остается в виде пара (в гипотетическом состоянии при 0,1 МПа), а другие продукты как для высшей теплоты сгорания, причем все процессы ведутся при стандартной температуре

##### 3.1.4

##### **низшая теплота сгорания при постоянном давлении** **net calorific value at constant pressure**

абсолютное значение удельной теплоты (энтальпии) сгорания единицы массы топлива, сжигаемого в среде кислорода при постоянном давлении в таких условиях, что вся вода продуктов реакции остается в форме водяного пара (при 0,1 МПа), а другие продукты как для высшей теплоты сгорания, причем все процессы ведутся при стандартной температуре

##### 3.1.5

##### **адиабатический калориметр** **adiabatic calorimeter**

калориметр, у которого температура оболочки меняется быстро

ПРИМЕЧАНИЕ Теплообмена между внутренней камерой калориметра и оболочкой не происходит, поскольку температура воды в том и другом месте идентична в процессе испытания. Вода в наружной оболочке нагревается или охлаждается, чтобы соответствовать изменению температуры внутри калориметра.



**3.1.6****изотермический калориметр  
калориметр isoperibol  
isoperibol calorimeter**

(изотермического типа) калориметр, который имеет однородную и постоянную температуру оболочки

**ПРИМЕЧАНИЕ** Такие калориметры имеют внутреннюю камеру, окруженную водяной оболочкой, в которой температура поддерживается на уровне температуры окружающей среды. Наружная оболочка действует как термостат, и теплопроводность промежуточного пространства между двумя камерами сохраняется, по возможности, максимально низкой.

**3.1.7****автоматизированный калориметр  
automated calorimeter**

калориметрическая система без среды, в которой камера калориметра, мешалка и вода заменены металлическим блоком, а собственно бомба для сжигания представляет собой калориметр

**ПРИМЕЧАНИЕ** Характерно, что такие калориметры имеют небольшую теплоемкость, что приводит к значительным изменениям температуры. Поэтому используют меньшие массы топлива. Калориметр такого типа требует более частых калибровок.

**3.1.8****стандартная температура  
reference temperature**

международная стандартная температура в термохимии, 25 °С

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** См. 8.7.

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** Температурная зависимость теплоты сгорания угля или кокса невелика, примерно 1 Дж/(г·К).

**3.1.9****эффективная теплоемкость калориметра  
effective heat capacity of the calorimeter**

количество тепла, необходимого для изменения температуры калориметра на единицу

**3.1.10****исправленный подъем температуры  
corrected temperature rise**

изменение температуры в калориметре, вызванное исключительно процессами, происходящими в бомбе для калориметрического сжигания

**ПРИМЕЧАНИЕ** Изменение температуры можно выразить в пересчете на другие единицы: сопротивление платинового термометра или термистора, частоту кварцевого резонатора, и т.д., при условии, что установлены функциональные взаимоотношения между этой величиной и изменением температуры. Эффективную теплоемкость калориметра можно выразить в единицах энергии или в условных единицах. Критерии требуемой линейности и близости условий между калибровками и испытаниями топлива даются в 9.3.

**3.2 Обозначения**

$c_{p,aq}$	удельная теплоемкость воды
$c_{p,cr}$	удельная теплоемкость тигля
$G$	константа удельной скорости
$g$	скорость изменения температуры (дрейфа) ( $di/d\tau$ ) в периоды измерения
$g_f$	скорость изменения температуры в конечный период (период после сжигания)
$g_i$	скорость изменения температуры в начальный период (предшествующий сжиганию период)

## ISO 1928:2009(R)

$M$	содержание воды в анализируемой пробе
$M_T$	общее содержание воды в топливе, для которого производится расчет
$m_{ba}$	масса бензойной кислоты
$m_{cr}$	масса тигля
$m_1$	масса образца топлива
$m_2$	масса вспомогательного вещества
$P_{st}$	энергия перемешивания
$Q_{fuse}$	теплота сгорания фитиля
$Q_{ign}$	теплота, выделяющаяся при окислении проволоки для запала
$Q_N$	теплота образования азотной кислоты (из воды в виде жидкости и газообразного азота и кислорода)
$Q_S$	поправка на энергию, затраченную на извлечение серы из водной серной кислоты в бомбе в виде газообразного диоксида серы
$q_{p,gr,d}$	высшая теплота сгорания при постоянном давлении сухого (не содержащего воды) топлива
$q_{p,net}$	низшая теплота сгорания при постоянном давлении
$q_{p,net,d}$	низшая теплота сгорания при постоянном давлении сухого (не содержащего воды) топлива
$q_{p,net,m}$	низшая теплота сгорания при постоянном давлении топлива с содержанием воды $M_T$
$q_{V,ba}$	аттестованное значение низшей теплоты сгорания при постоянном объеме для бензойной кислоты
$q_{V,gr}$	высшая теплота сгорания при постоянном объеме анализируемого топлива
$q_{V,gr,d}$	высшая теплота сгорания при постоянном объеме сухого (не содержащего воды) топлива
$q_{V,gr,m}$	высшая теплота сгорания при постоянном объеме топлива с содержанием воды $M_T$
$q_{V,net,m}$	низшая теплота сгорания при постоянном объеме топлива с содержанием воды $M_T$
$q_{V,2}$	высшая теплота сгорания при постоянном объеме горючего вещества
$t$	температура калориметра
$\Delta t_{ex}$	поправка на утечку тепла
$t_f$	конечная температура главного периода (равная стандартной температуре)
$t_{f+a}$	температура через $a$ мин по окончании главного периода
$t_f - t_i$	наблюдаемый объем температуры
$t_i$	начальная температура главного периода
$t_j$	температура термостата (оболочки)

$t_j - t$	тепловой напор (температурный ход)
$t_{mf}$	средняя температура в конечный период
$t_{mi}$	средняя температура в начальный период
$t_x$	температура в момент времени $\tau_x$ ,
$t_\infty$	асимптотическая температура изотермического калориметра (в “неопределенный” момент времени)
$w_{H,d}$	водород, процент по массе свободного от воды топлива (включает водород от воды гидратации минерального вещества, а также водород угля)
$w_{N,d}$	азот, процент по массе в свободном от воды топливе
$w_{O,d}$	кислород, процент по массе в свободном от воды топливе
$\varepsilon$	эффективная теплоемкость калориметра
$\bar{\varepsilon}$	наилучшая оценка (соответствует “среднему” значению) $\varepsilon$ из линейной регрессии $\varepsilon$ как функции наблюдаемого подъема температуры ( $t_f - t_i$ )
$\varepsilon_*$	эффективная теплоемкость калориметра на основе “общей массы калориметра”
$\varepsilon_n$	средняя эффективная теплоемкость калориметра на основе $n$ определений $\varepsilon$
$\varepsilon_0$	эффективная теплоемкость гипотетического калориметра без тигля в бомбе
$\varepsilon_{0,n}$	средняя эффективная теплоемкость калориметра на основе $n$ определений $\varepsilon_0$
$\theta$	исправленный подъем температуры
$\tau$	время
$\Delta\tau$	продолжительность главного периода
$\tau_f$	время в конце главного периода
$\tau_i$	время в начале главного периода
$\tau_x$	время экстраполяции Дикинсона (Dickinson)

## 4 Сущность метода

### 4.1 Высшая теплота сгорания

Навеску пробы твердого топлива для анализа сжигают в среде кислорода под высоким давлением в калориметрической бомбе в установленных условиях. Эффективную теплоемкость калориметра определяют при калибровке сжиганием аттестованного стандартного образца бензойной кислоты в аналогичных условиях, указанных в сертификате. Исправленный подъем температуры устанавливают из наблюдений температуры до, во время и после сжигания. Продолжительность и частота наблюдений температуры зависит от типа используемого калориметра. В калориметр сначала наливают воду, чтобы получить фазу насыщенного водяного пара до начала сжигания, давая, таким образом, образоваться всей воде из водорода и воды, содержащейся в пробе для анализа, которую будут считать водой в виде жидкости.

Высшую теплоту сгорания рассчитывают по исправленному подъему температуры и эффективной теплоемкости калориметра с учетом энергии сгорания запальника (запальников) и тепловых эффектов побочных реакций, например, образования азотной кислоты. Кроме того, вводят поправку для учета разности энергии между водной серной кислотой, образуемой в ходе реакции в бомбе, и газообразным диоксидом серы, т.е. требуемым продуктом реакции серы в топливе.

## 4.2 Низшая теплота сгорания

Низшую теплоту сгорания при постоянном объеме и низшую теплоту сгорания при постоянном давлении топлива получают вычислением из высшей теплоты сгорания при постоянном объеме, определенной на анализируемой пробе. Расчет низшей теплоты сгорания при постоянном объеме требует сведений о содержании воды и водорода в анализируемой пробе. В принципе, вычисление низшей теплоты сгорания при постоянном давлении также требует информации о содержании кислорода и азота в пробе.

## 5 Реактивы

**5.1 Кислород**, под давлением, достаточно высоким, чтобы наполнить бомбу, до 3 МПа, чистый, по анализу не менее 99,5 % по объему, не содержащий горючего материала.

ПРИМЕЧАНИЕ Кислород, полученный методом электролиза воды, может содержать до 4 % по объему водорода.

### 5.2 Фитиль

**5.2.1 Проволока для запала**, хромо-никелевая диаметром от 0,16 мм до 0,20 мм, платиновая диаметром от 0,05 мм до 0,10 мм, или другой подходящий проводник с хорошими характеристиками теплового поведения при сжигании.

**5.2.2 Хлопковый фитиль**, из белой хлопковой целлюлозы, или равноценного материала, если требуется; см. 8.2.1, четвертый абзац.

**5.3 Материал для покрытия тигля**, используемый при сжигании кокса, антрацита, высокозольного и других менее реакционноспособных видов топлива.

**5.3.1 Паста**, из плавленного алюмосиликатного цемента, частицы которого проходят через лабораторное сито с размером отверстий 63 мкм, смешанного с водой, который пригоден для использования при температуре до 1 400 °С.

**5.3.2 Оксид алюминия**, плавленный, аналитической чистоты, частицы которого проходят через лабораторное сито 180 мкм и остаются на сите 106 мкм.

**5.3.3 Кварцевое волокно**, беззольное, диск из кварцевого волокна.

**5.4 Стандартные волюметрические растворы и индикаторы**, только для использования при анализе конечных растворов в бомбе.

**5.4.1 Раствор гидроксида бария**,  $c[\text{Ba}(\text{OH})_2] = 0,05$  моль/л, приготовленный растворением 18 г гидроксида бария,  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ , в 1 л горячей воды в большой колбе.

Закрывают колбу и выдерживают раствор в течение двух дней или пока весь карбонат бария полностью не осядет. Декантируют или откачивают чистый раствор через мелкозернистую (медленного пропускания) фильтровальную бумагу в емкость для хранения, оснащенную защитной трубкой с натровой известью, чтобы предотвратить доступ диоксида углерода. Стандартизируют раствор против раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/л (5.4.4), используя в качестве индикатора раствор фенолфталеина (5.4.6).

**5.4.2 Раствор карбоната натрия**,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05$  моль/л, приготовленный растворением 5,3 г безводного карбоната натрия,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , высушенного в течение 30 мин при температуре от 260 °С до 270 °С, но не выше 270 °С, в воде. Полученный раствор переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят до объема водой.

**5.4.3 Раствор гидроксида натрия**,  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  моль/л, приготовленный из стандартного концентрированного волюметрического раствора по инструкциям изготовителя.

Альтернативно готовят из безводного гидроксида натрия растворением 4,0 г гидроксида натрия,  $\text{NaOH}$ , в воде; переносят результирующий раствор в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят до объема водой.

Стандартизуют полученный раствор против раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/л (5.4.4), используя в качестве индикатора раствор фенолфталеина (5.4.6).

**5.4.4 Раствор соляной кислоты**,  $c(\text{HCl}) = 0,1$  моль/л, приготовленный из стандартного концентрированного волюметрического раствора по инструкции изготовителя.

Альтернативно готовят разведением 9 мл соляной кислоты ( $\rho = 1,18$  г/мл) до 1 л водой. Стандартизуют полученный раствор против безводного карбоната натрия или против раствора карбоната натрия (5.4.2), используя раствор индикатора для усиления окраски другого индикатора (5.4.5).

**5.4.5 Индикатор метилоранж**, для усиления, раствор концентрацией 1 г/л.

Растворяют 0,25 г метилоранжа и 0,15 г цианолсилола FF в 50 мл 95 %-ного по объему этанола и доводят до 250 мл водой.

**5.4.6 Фенолфталеин**, раствор концентрацией 10 г/л.

Растворяют 2,5 г фенолфталеина в 250 мл 95 %-ного по объему этанола или 2,5 г растворимой в воде соли фенолфталеина в 250 мл воды.

**5.5 Бензойная кислота**, для использования в калориметрии, аттестованная (или с сертификатом, однозначно прослеживаемым) признанным органом системы стандартизации.

Бензойная кислота является единственным веществом, рекомендуемым для калибровки кислородной калориметрической бомбы. С целью проверки общей надежности калориметрических измерений, используют испытательные вещества, например, *n*-додекан. Испытательные вещества используют, главным образом, для подтверждения определенных характеристик пробы, например, скорости горения или химического состава, не вводя систематическую погрешность в результаты. Испытательное вещество должно иметь аттестованную чистоту и точно установленную энергию (теплоту) сгорания.

Бензойную кислоту сжигают в форме таблеток. Бензойную кислоту обычно используют без сушки ли другой обработки, кроме таблетирования; см. сертификат на образец. Бензойная кислота не абсорбирует влагу из атмосферы при относительной влажности ниже 90 %, но рекомендуется хранить бензойную кислоту в окружающих условиях без содержания влаги (в эксикаторе), когда она не используется.

Бензойную кислоту необходимо использовать в условиях, максимально приближенных к указанным в сертификате; значительный уход от этих условий должен согласовываться в соответствии с указанными в сертификате условиями. Энергия сгорания бензойной кислоты, как определено в сертификате для использованных условий, должна быть принята в расчетах эффективной теплоемкости калориметра; см. 9.2.

## 6 Аппаратура

### 6.1 Общие положения

**Калориметр** (см. Рисунок 1), состоит из бомбы для сжигания в сборе, калориметрического сосуда (с крышкой или без крышки), мешалки калориметра, воды, датчика температуры и проводников с соединителями внутри калориметрической емкости, требующихся для зажигания пробы или как часть цепей измерения температуры или контроля. В процессе измерений калориметр помещают в термостат. Способ контроля температуры термостата определяет рабочий принцип прибора и, следовательно, стратегию оценки исправленного подъема температуры.

В анероидных системах (системах без жидкости), сосуд калориметра, мешалка и вода заменены на металлический блок. Сама бомба для сжигания представляет собой калориметр в некоторых анероидных системах.

В калориметрических приборах для сжигания с высокой степенью автоматизации, особенно при оценке результатов, калориметр, в ряде случаев, не так хорошо определен как традиционный, классического типа калориметр. Применение такого автоматизированного калориметра допускается в рамках данного международного стандарта постольку, поскольку выполняются основные требования в отношении условий калибровки, сопоставимости калибровки с испытаниями топлива, отношения массы пробы к объему бомбы, давления кислорода, жидкости в бомбе, стандартной температуры измерений и точности результатов. Большое значение имеет распечатка некоторых установленных параметров из отдельных измерений. Подробности приведены в Приложении С.

Оборудование, адекватное определениям теплоты сгорания в соответствии с данным международным стандартом, установлено ниже.

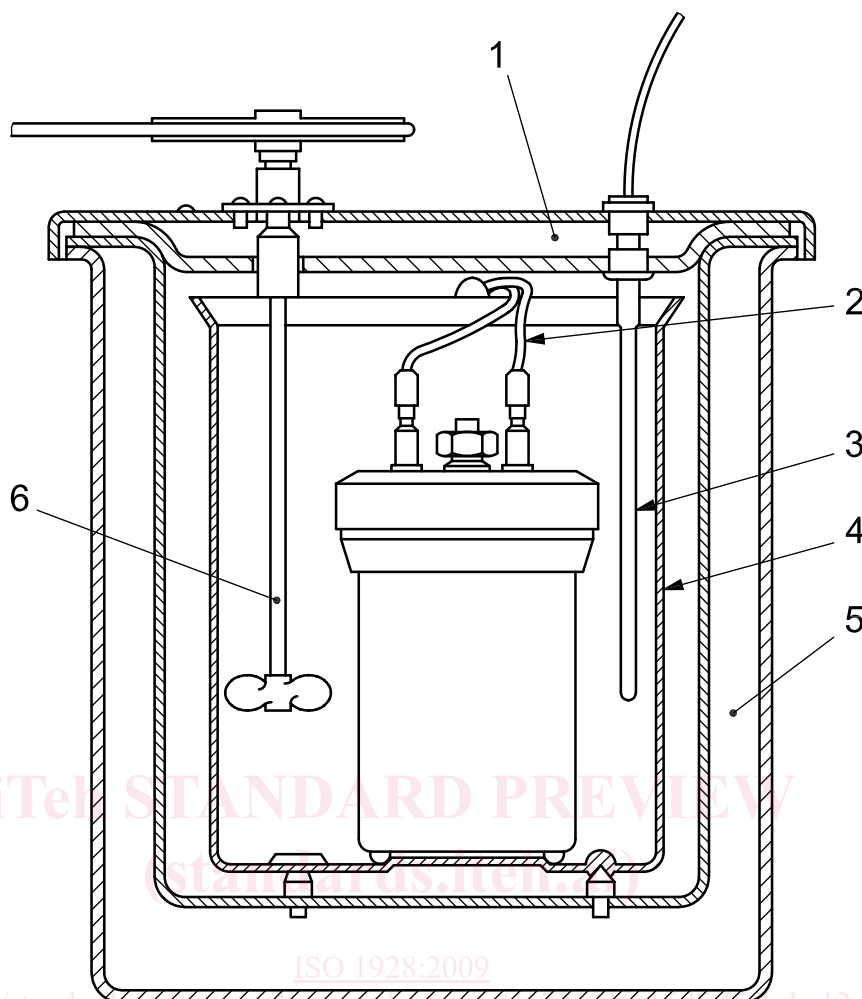
### 6.2 Калориметр с термостатом

**6.2.1 Бомба для сжигания**, которая выдерживает давление, создаваемое в процессе сжигания; см. Рисунок 1.

[ISO 1928:2009](#)

Конструкция должна позволять полный возврат всех жидких продуктов. Материал конструкции должен быть устойчив к коррозии от кислот, образуемых при сжигании угля или кокса. Подходящий внутренний объем бомбы должен составлять от 250 мл до 350 мл.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Части бомбы должны регулярно проверяться на износ и коррозию; особое внимание следует уделить состоянию резьбы основного сопряжения (двух частей) бомбы. Необходимо следовать инструкциям изготовителя и выполнять все местные регламенты, относящиеся к безопасности обращения и использования бомбы. Если используется несколько калориметрических бомб одинаковой конструкции, каждая бомба должна использоваться как укомплектованная единица. Рекомендуется использовать цветное кодирование. Замена частей может привести к серьезным инцидентам.

**Обозначение**

- |                      |                     |
|----------------------|---------------------|
| 1 крышка термостата  | 4 сосуд калориметра |
| 2 провода для запала | 5 термостат         |
| 3 термометр          | 6 мешалка           |

**Рисунок 1 — Калориметр сжигания с бомбой классического типа с термостатом**

**6.2.2 Сосуд калориметра**, изготовленный из металла, тщательно отполированный снаружи и обеспечивающий удержание определенного количества воды, достаточное для того, чтобы полностью покрыть плоскую верхнюю поверхность бомбы при перемешивании воды.

Крышка обычно помогает уменьшить испарение воды из калориметра, но, если не находится в хорошем тепловом контакте с сосудом, то отстает от скорости нагревания при сжигании, что приводит к неопределенному теплообмену с термостатом и не увеличивает главной период.

**6.2.3 Мешалка**, работающая с постоянной скоростью.

Ось мешалки должна иметь низкую теплопроводность и/или участок малой массы под крышкой термостата, чтобы свести к минимуму теплопередачу в систему или из нее. Это имеет особое значение, когда ось мешалки находится в непосредственном контакте с двигателем мешалки. Если для сосуда калориметра используется крышка, эта часть оси мешалки должна располагаться над крышкой.

Скорость перемешивания для калориметра с перемешиваемой водой должна быть достаточно большой, чтобы обеспечить отсутствие образования горячих пятен во время быстрого изменения температуры в калориметре. Скорость перемешивания должна быть такой, чтобы продолжительность главного периода можно было ограничить до 10 мин или меньше; см. Приложения А и В.