

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
54261—  
2010

---

**РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.  
ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ  
И ПРОИЗВОДСТВО ЭНЕРГИИ**

**Стандартный метод определения высшей  
теплотворной способности и зольности отходов  
материалов**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2012

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 349 «Обращение с отходами»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2010 г. № 1063-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D 5468:2002 «Стандартный метод определения высшей теплотворной способности и зольности отходов материалов» (ASTM D 5468:2002 «Standard test method for gross calorific and ash value of waste materials»). При этом:

- дополнительные слова (фразы, показатели, ссылки), включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и/или особенностей российской национальной стандартизации, выделены полужирным курсивом, а объяснения причин их включения приведены в сносках;

- вместо ссылок на международные стандарты приведены ссылки на национальные стандарты Российской Федерации, которые распространяются на тот же объект и аспект стандартизации, но не являются гармонизированными со ссылочными международными стандартами ASTM;

- в приложении ДА приведены сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте ASTM;

- в него не включены сноски в разделах 2, 7, X1, X3, носящие справочный характер и не действующие в Российской Федерации

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ. 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Термины и определения . . . . .	2
4 Краткое содержание метода испытания . . . . .	3
5 Назначение и использование . . . . .	3
6 Аппаратура и помещения . . . . .	3
7 Реактивы . . . . .	4
8 Опасности . . . . .	5
9 Отбор образцов . . . . .	6
10 Стандартизация (калибровка) . . . . .	6
11 Повторные тесты по стандартизации . . . . .	8
12 Проведение испытания образцов отходов . . . . .	9
13 Проведение расчетов . . . . .	10
14 Теплотворная способность (теплота сгорания) . . . . .	10
15 Зола . . . . .	11
16 Прецизионность и смещение . . . . .	11
Приложение А (обязательное) Термометрические коррекции . . . . .	12
Приложение Х (справочное) Термохимические коррекции . . . . .	13
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ. . . . .	15
Библиография . . . . .	15



**РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ.  
ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ И ПРОИЗВОДСТВО ЭНЕРГИИ****Стандартный метод определения высшей теплотворной способности  
и зольности отходов материалов**

Resources saving. Waste management and energy production. Standard test method for gross calorific and ash value of waste materials

Дата введения — 2012—01—01

**1 Область применения**

1.1 Настоящий метод испытаний охватывает определение высшей теплотворной способности отходов материалов с использованием изопериболического, анероидного, изопериболического с оболочкой калориметра, адиабатической калориметрической бомбы, снабженных электронными температурными датчиками и автоматическими калориметрическими контроллерами, и последующего анализа остатков золы. Собранный после проведения калориметрического анализа в калориметрической бомбе осадок может использоваться для последующего элементного анализа.

1.2 В настоящем стандарте физические величины выражаются в единицах Международной системы единиц СИ.

1.3 В настоящем стандарте не рассматриваются все проблемы безопасности, связанные с его использованием, если таковые имеются. Рассмотрение проблем безопасности является ответственностью пользователя данного стандарта, который должен установить соответствующие меры безопасности и методы охраны здоровья и определить применимость регулирующих ограничений до использования настоящего стандарта. Конкретные формулировки типов опасностей приведены в разделе 8.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 50779.10—2000 *Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения (ИСО 3534-1:1993)*

ГОСТ Р 52501—2005 *Вода для лабораторного анализа. Технические условия (ИСО 3696:1987)*

ГОСТ 8.026—96 *Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений энергии сгорания и удельной энергии сгорания (калориметров сжигания)*

ГОСТ 147—95 *Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания (ИСО 1928:1976)*

ГОСТ 2059—95 *Топливо твердое минеральное. Метод определения общей серы сжиганием при высокой температуре (ИСО 351:1996)*

ГОСТ 8606—93 *Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка (ИСО 334:1992)*

ГОСТ 10521—78 *Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия*

ГОСТ 27313—95 *Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива (ИСО 1170:1977)*

ГОСТ 30772—2001 *Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Термины и определения*

**Примечание** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по *ГОСТ 147*, *ГОСТ 27313*, *ГОСТ 30772*, а также следующие термины и определения.

#### 3.1 Определения

**3.1.1 теплотворная способность** (calorific value): Количество теплоты, выделяемой при сгорании объемной или массовой единицы пробы при заданных условиях. В настоящем стандарте теплотворная способность выражается в Джоулях на 1 кг (Дж/кг). Теплотворная способность может быть выражена в калориях на 1 грамм (кал/г) или, если потребуется, в Британских тепловых единицах на фунт (Бте/фунт). Эквиваленты пересчета единиц представлены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Теплотворная способность, единицы перевода

1 Бте = 1055,06 Дж	1 Дж/г = 0,430 Бте/фунт
1 кал = 4,1868 Дж	1 Дж/г = 0,239 кал/г

**3.1.2 калориметр** (calorimeter): Прибор, в составе которого находится не только бомба и ее содержимое, но также сосуд, электронные температурные сенсорные датчики, провода для зажигания, вода и мешалка, если используется вода.

**3.1.2.1 адиабатический калориметр** (adiabatic calorimeter): Калориметр, у которого температура оболочки регулируется так, чтобы она была как можно ближе к меняющейся температуре калориметрической системы (*температура калориметрической системы  $T_c$  = температура оболочки  $T_j$* )\*.

**3.1.2.2 калориметрическая оболочка** (calorimeter jacket): Изолирующая оболочка, окружающая калориметр.

**3.1.2.3 изопериболический калориметр** (isoperibol calorimeter): Калориметр с изотермической оболочкой.

**3.1.3 высшая теплотворная способность (высшая теплота сгорания),  $Q_g$  (высшая)** [gross calorific value (gross heat of combustion),  $Q_g$  (gross)]: Количество теплоты, выделяемой при сгорании массовой или объемной единицы твердого или жидкого топлива, когда оно сгорает при постоянном объеме в кислородной среде калориметрической бомбы при заданных условиях, в результате чего все водяные пары, образовавшиеся при горении, конденсируются (доводятся до жидкого состояния).

**3.1.4 теплоспособность** (heat capacity): Количество теплоты, которое необходимо для повышения температуры системы на один градус при постоянном объеме или постоянном давлении. *Удельной теплоспособностью называется количество теплоты, которое необходимо для нагревания единичного количества вещества. Количество вещества может быть измерено в килограммах, кубических метрах и молях.\**

**3.1.5 теплота образования** (heat of formation): Увеличение теплосодержания в результате образования 1 моля химического соединения из его элементов (простых веществ) при постоянном давлении.

**3.1.6 низшая теплота сгорания (низшая теплота сгорания при постоянном давлении),  $Q_n$  [net calorific value (net heat of combustion at constant pressure),  $Q_n$ ]:** Количество теплоты, выделяемое при сгорании объемной или массовой единицы твердого или жидкого топлива при постоянном давлении 0,1 МПа (1 атм) и таких условиях, в которых вся вода, находящаяся в продукте, сохраняется в форме пара.

**3.1.7 статический калориметр** (static calorimeter): Калориметр без термостатируемой оболочки.

\* Дополнение дано с учетом потребностей национальной экономики Российской Федерации.

### 3.2 Термины, специфичные для настоящего стандарта

3.2.1 **корректируемое повышение температуры** (corrected temperature rise): Температура калориметра обусловлена процессом, который протекает в калориметрической бомбе, при этом наблюдаемое (текущее) изменение температуры требует поправки на различные эффекты (*например, на теплообмен*)\*.

3.2.2 **теплоемкость, эквивалент энергии, или водный эквивалент** (heat capacity, energy equivalent, or water equivalent): Энергия, требуемая для повышения температуры калориметра на одну условную единицу. *Энергетический эквивалент определяется измерением прироста температуры при сжигании аттестованного образца вещества (бензойной кислоты) в тех же условиях, на той же аппаратуре и с теми же реактивами и материалами, что и при определении теплоты сгорания топлива*\*.

## 4 Краткое содержание метода испытания

4.1 Согласно настоящему методу испытания теплота сгорания определяется путем сжигания взвешенного образца в калиброванных калориметрах в среде кислорода в контролируемых условиях. Калориметры стандартизируют (калибруют) путем сжигания определенного количества бензойной кислоты. Теплоту сгорания испытуемого образца вычисляют из температур, полученных до, в течение и после сгорания образца, с надлежащим учетом вклада теплоты побочных процессов.

4.2 После разборки бомбового калориметра следует оценить содержание золы с применением одной из двух следующих процедур.

4.2.1 Следует высушить капсулу с топливом при температуре 200 °С в течение 5—10 мин и взвесить ее для оценки содержания золы в остатках после сгорания.

4.2.2 Следует вытереть влагу с внешней поверхности капсулы и взвесить ее для оценки содержания золы в остатках после сгорания.

*Примечание* — В качестве справочных материалов к данному разделу рекомендуется использовать ГОСТ 147, ГОСТ 8.026, ГОСТ 27313.

## 5 Назначение и использование

5.1 Настоящий метод испытания используют для вычисления теплоты сгорания и содержания золы в остатках представленного образца с целью оценки его теплотворной способности при сжигании или в качестве топлива для цемента-обжигательных печей.

5.2 Данные о высшей теплоте сгорания и содержании золы могут быть использованы для того, чтобы оценить эффективность процесса обогащения топлива.

## 6 Аппаратура и помещения

### 6.1 Помещение для проведения калориметрического испытания

Помещение для проведения калориметрического испытания — это комната или помещение без сквозняков, в котором может поддерживаться постоянная температура для всех калориметрических испытаний, при этом колебания температуры не должны превышать  $\pm 3$  °С. Аппаратура должна быть защищена от проникновения солнечных лучей и излучения из других источников. Желательно управлять температурой (с помощью термостатирующих устройств), а также и относительной влажностью помещения.

### 6.2 Калориметрическая бомба сгорания

Калориметрическая бомба сгорания должна быть сконструирована из материалов, которые совершенно не подвержены влиянию процесса или продуктов сгорания, чтобы можно было корректно проводить ввод измеримого количества тепла или изменение конечных продуктов. Бомба должна быть разработана так, чтобы все жидкие продукты сгорания могли быть полностью восстановлены при мытье внутренних поверхностей. Не должно быть никакой утечки газа. Бомба должна выдерживать гидростатическое давление 20 МПа (3000 psig, *pound-force per square inch gauge* — фунт/дюйм<sup>2</sup>, избыточное или манометрическое давление)\* при комнатной температуре без деформирования при нагрузке.

\* Дополнение дано с целью учета потребностей национальной экономики Российской Федерации.

### 6.3 Весы

Дискретность лабораторных весов для взвешивания образцов должна быть 0,0001 г. Точность весов должна проверяться в начале каждой недели, в течение которой будут проводиться калориметрические испытания.

### 6.4 Сосуд калориметра

Сосуд калориметра должен быть сделан из металла с коррозионно-стойким покрытием, с отполированными наружными поверхностями. Для калориметров с сосудом данный сосуд может быть отдельной составляющей или составным компонентом бомбы. Калориметр должен представлять собой такую конструкцию, чтобы окружающая среда в пределах всех внешних границ калориметра поддерживалась при одинаковой температуре.

### 6.5 Оболочка

Оболочка — это изолированный контейнер, который сохраняет постоянную температуру в пределах внутреннего периметра оболочки (изопериболический) или ту же самую температуру как калориметр (адиабатический) или является контейнером с постоянным мониторингом изменений температуры (анероидный).

### 6.6 Температурные сенсоры (датчики)

В калориметре могут использоваться термометры сопротивления платиновые, термисторы, или ртутные термометры, если они должным образом откалиброваны.

**П р и м е ч а н и е** — Температура измеряется в градусах Цельсия или градусах по Фаренгейту, Омах или в других единицах. При стандартизации (калибровке) и определении фактической теплотворной способности (калорийности) должны использоваться совместимые единицы.

### 6.7 Держатель образца

Держатель образца представляет собой открытый тигель из платины, кварца или подходящего сплава с металлом. Тигели из обычного металла должны быть термически обработаны в течение 24 ч при температуре 500 °С, чтобы гарантировать полное окисление капсул.

### 6.8 Запальная проволока (проволока зажигания)

Запальная проволока должна быть длиной 100 мм с диаметром 0,16 мм или меньше, из никель-хромового сплава (сортамент Chromel C), платины, стекловолкна или железной проволоки. Запальная проволока такой же длины или массы должна быть использована при проведении калибровки и определении теплоты сгорания.

### 6.9 Цепь зажигания

Для осуществления зажигания требуется переменный или постоянный ток от 6 до 24 В. Понижающий трансформатор подключается к сети переменного тока, или для зажигания используются конденсаторы или батарейки.

### 6.10 Бюретка

Бюретка используется для кислотного титрования и должна иметь цену деления, равную 0,1 мл (0,1 см<sup>3</sup>).

### 6.11 Желатиновые капсулы или целлюлозные ленты

Желатиновые капсулы или целлюлозные ленты используются для минимизации испарения летучих образцов. Эти принадлежности не должны содержать галогенов.

### 6.12 pH титраторы или вольтметры

pH титраторы или вольтметры могут использоваться для pH титрования промывочного раствора.

## 7 Реактивы

### 7.1 Вода для реактивов

Для подготовки реактивов и промывки внутренней части калориметрической бомбы должна использоваться вода, соответствующая требованиям электропроводности типа II (*по ГОСТ Р 52501*).

### 7.2 Чистота реактивов

Для всех испытаний должны использоваться химикаты с квалификацией **о. с. ч.** (*особо чистые с указанием количества неорганических примесей*).



### 7.3 Бензойная кислота, стандарт (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-COOH)

При проведении испытаний используют бензойную кислоту, которая представляет собой чешуйки, кристаллы или пластинки квалификации НИСТ (Национального института стандартов и технологии США, NIST), или бензойную кислоту, калиброванную в соответствии со стандартным материалом НИСТ или по ГОСТ 147, ГОСТ 10521. Теплота сгорания бензойной кислоты, используемой при калибровочных расчетах, должна соответствовать сертифицированному значению.

### 7.4 Кислотно-основные индикаторы метилоранж, метиловый красный, метиловый фиолетовый

Данные индикаторы могут использоваться для титрования кислоты, образующейся в процессе сжигания. Для проведения калибровки и определения теплотворной способности должны использоваться такие же индикаторы.

### 7.5 Кислород

Кислород не должен содержать легко воспламеняемых веществ. При проведении испытаний должен использоваться только кислород, произведенный из жидкого воздуха, с гарантируемой чистотой более 99,5 % (или по ГОСТ 147). Кислород, произведенный путем электролиза, может содержать небольшое количество водорода, что делает его непригодным без очистки путем пропускания над окисью меди при 500 °С.

### 7.6 Стандартный раствор

Стандартным раствором является раствор натрия карбоната (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) или другой подходящий стандартный раствор. Следует растворить в воде 3,76 г натрия карбоната, который сушился в течение 24 ч при 105 °С, и довести объем до 1 л (1 дм<sup>3</sup>). Один миллилитр этого раствора эквивалентен 4,2 Дж (1,0 кал) при кислотном титровании, когда весь промывочный раствор используется в качестве анализируемого образца. Альтернативно объем титранта должен корректироваться объемом промывочной фракции, которая используется в качестве анализируемого образца (см. 10.4.2).

## 8 Опасности

8.1 Существует ряд предостережений, рекомендованных для безопасной работы на калориметре. Также следует ознакомиться с инструкциями производителя калориметрического оборудования по установке и эксплуатации перед тем, как его использовать.

8.2 Масса образца материала отходов и давление кислорода в бомбе не должны превышать рекомендации производителя калориметрической бомбы.

8.3 После каждого использования следует тщательно осмотреть части бомбы. Если испытываются галогенированные органические соединения, следует заменить все кольцевые прокладки и уплотнители клапанов после 500 циклов сжигания. По крайней мере после 3000 циклов сжигания следует проверить герметизацию бомбы или вернуть ее производителю для проверки. Приведенные рекомендации предназначены для наилучших вариантов развития ситуации. Чтобы получить более подробную информацию, следует обратиться к производителю.

8.4 Следует оборудовать кислородный цилиндр устройствами, обеспечивающими безопасность, такими как регулирующийся клапан, игольчатый клапан и датчик давления, используемые дополнительно в регулировании кислородного питания бомбы. Клапаны, датчики и прокладки должны соответствовать правилам техники безопасности промышленности. Подходящие для работы клапаны и адаптеры для регулировки давления на выходе от 3 до 4 МПа (от 300 до 500 psi, **pounds per square inch, фунтов на квадратный дюйм**)\* доступны из коммерческих источников оборудования для сжатого газа. Следует ежегодно проверять датчик давления на точность или после каждого случая с превышением максимального давления согласно показателям датчика.

8.5 Во время воспламенения образца оператор не должен соприкасаться с калориметром какой-либо частью своего тела.

8.6 Необходимо учитывать предостережения, в которых не допускается превышения рекомендации производителя калориметрической бомбы, чтобы избежать ее повреждения при сжигании образца. Не следует поджигать негранулированную бензойную кислоту, представляющую собой чешуйчатый хлопьевидный материал, если она не полностью смешана с образцом.

\* Дополнение дано с целью учета потребностей национальной экономики Российской Федерации.

8.7 Нельзя поджигать калориметрическую бомбу, если она была сброшена, перевернута или имеются доказательства утечки газа, когда бомба была погружена в воду калориметра.

8.8 Если присутствуют летучие материалы, в результате могут образоваться взрывчатые материалы, вследствие чего необходимо следовать процедурам, описанным в 12.2.

## 9 Отбор образцов

9.1 Образец должен представлять собой часть материала для исследования (см. приложение X).

## 10 Стандартизация (калибровка)

10.1 Калориметры стандартизируются (калибруются) путем сжигания бензойной кислоты.

10.2 Теплоемкость определяется как среднее значение результатов, полученных при проведении минимум шести отдельных опытов в течение не менее трех, но не более пяти дней. Подтверждением проведения работы с высокой точностью является относительное стандартное отклонение для проведенной серии опытов, не превышающее 0,15 % (см. таблицу 2). Для пользователей калориметров статического типа приемлемое относительное стандартное отклонение может составить 0,40 % или меньше. Для достижения этой цели можно отказаться от какого-либо отдельного испытания, но только в том случае, если есть подтверждение полного сгорания образца. Если результаты испытаний не будут соответствовать приведенным значениям, следует повторять серию испытаний до тех пор, пока не будут получены значения относительного стандартного отклонения ниже приемлемого предела.

Т а б л и ц а 2 — Стандартное отклонение для стандартизации (калибровки) калориметра

Номер стандартизации (калибровки)	Колонка А	Колонка В	Колонка С
	Энергетический эквивалент, J/°C	Разница между средними значениями	(Колонка В) <sup>2</sup>
1	10257,7	4,2	17,6
2	10249,3	4,2	17,6
3	10270,2	16,7	278,9
4	10253,5	0	0
5	10245,1	8,4	70,6
6	10249,3	4,2	17,6
7	10240,9	12,6	158,8
8	10266,0	12,5	156,3
9	10257,7	4,2	17,6
10	10245,1	8,4	70,6
Сумма		75,4	805,6

### П р и м е ч а н и я

1 Среднее значение —  $X = 10253,5$ .

2 Отклонение =  $s^2 = \frac{\text{Сумма колонки С} - [(\text{сумма колонки В})^2/n]}{n-1} = 26,34$

3 Стандартное отклонение =  $s = \sqrt{\text{отклонение}} = \sqrt{26,34} = 5,14$ .

4 В качестве справочных материалов к данному разделу рекомендуется использовать ГОСТ Р 50779.10, ГОСТ 8.026, ГОСТ 147, ГОСТ 27313.

## 10.3 Процедуры подготовки и проведения испытания, обработка результатов

10.3.1 Следует контролировать массу бензойной кислоты (в гранулах) для каждой калибровочной серии, чтобы было достигнуто такое же повышение температуры, как для исследованных в этой же лаборатории образцов отходов. В течение одного и того же дня в процессе подготовки к испытанию грану-

лы бензойной кислоты взвешивают с точностью до 0,0001 г в том держателе образца, в котором они будут сжигаться, а затем значение массы записывают.

10.3.2 Следует ополаскивать бомбу водой для смазки внутренних уплотнителей и сухих поверхностей. Для этого добавляют приблизительно 1 мл (1 см<sup>3</sup>) воды или требуемое количество другого подходящего раствора для бомбы перед ее сборкой для проведения испытания.

**Примечание** — Если промывка осуществляется для последующего элементного анализа, перед сборкой для проведения процедур стандартизации (калибровки) или анализа следует добавить в бомбу 5 мл (5 см<sup>3</sup>) 10 %-ного раствора натрия карбоната или требуемого количества другого раствора, более предпочтительного, чем 1 мл (1 см<sup>3</sup>) воды.

10.3.3 Соединение измеряемого запального провода с терминалом зажигания производится в соответствии с руководством производителя (см. 6.8).

10.3.4 Следует собрать бомбу и заполнить ее кислородом при постоянном давлении 3 МПа (30 атм). Более низкое давление может использоваться в том случае, если оно не будет приводить к неполному сгоранию, что становится очевидным при визуальном осмотре углеродистых остатков или факте образования угарного, а не углекислого газа. Давление должно оставаться одинаковым для каждой калибровки и каждого определения теплоты сгорания. Следует загружать кислород в бомбу медленно, чтобы порошкообразный материал не был унесен из держателя образца. Если давление превышает предписанное значение, следует разомкнуть соединения и выпустить газы из бомбы обычным образом, а затем убрать образец и сосуд с водой. Далее следует переместить сосуд, бомбу и воду калориметра под оболочку. Сборка аппарата закончена, и калориметр готов к работе. Начальная температура воды калориметра должна быть одинаковой для каждого определения и равна  $\pm 0,5$  °С. Калориметр контролирует и определяет, насколько постоянными были условия работы калориметра в течение 30 с. Для адиабатических калориметров с микропроцессором требования к стабильным условиям лежат в диапазоне  $10^{-3}$  °С, что означает  $10^{-3}$  °С/с или лучше для изопериболического калориметра с микропроцессорным контролем.

**Примечание** — Регулировка температуры в начальном периоде гарантирует, что температура в конечном периоде будет немного ниже, чем температура оболочки изопериболических калориметров.

### 10.3.5 Наблюдение за температурой

#### 10.3.5.1 Метод экстраполяции

Контроллер запускает зажигание, делает запись повышения температуры и корректирует повышение температуры при утечке тепла в соответствии с рекомендациями или предписаниями производителя инструмента. Контроллер может закончить тест, когда наблюдаемая тепловая кривая соответствует тепловой кривой производителя калориметра, которая позволяет провести экстраполяцию до заключительной температуры. Экстраполируемое повышение температуры должно иметь статистическую неопределенность максимально  $\pm 0,002$  °С.

#### 10.3.5.2 Метод полной доводки

Контроллер запускает зажигание бомбы и записывает повышение температуры до тех пор, пока температура не стабилизируется в течение 30 с.

#### 10.3.5.3 Ручной метод полной доводки

Отмечают вручную время запуска зажигания  $t_0$  и температуру как  $t_1$ . Для адиабатических калориметров последовательно записывают данные с интервалом не более 1 мин, пока разность между тремя или более парами последующих данных не будет одинаковой. Для изопериболических калориметров записывают ряд последовательных данных, пока разность между тремя или более парами последующих данных не будет одинаковой в пределах одного миллиградуса в минуту. Запись о времени стабилизации производят как  $t_2$ , а финальной температуры как  $t_3$ , что является первым значением после того, как скорость изменения температуры становится постоянной.

10.3.6 Следует открыть крышку и удалить бомбу. Затем следует снижать давление с такой постоянной скоростью, чтобы для выполнения процедуры потребовалось не менее одной минуты. Следует открыть бомбу и исследовать ее внутреннюю часть. Не полностью сгоревшие образцы или закопченные отложения являются признаками неполного сгорания, возможно, из-за высокого содержания золы или влаги или того и другого. В таких случаях результаты являются сомнительными и требуют вспомогательных веществ для сжигания, таких как этиленгликоль для соединений на водной основе или минеральное масло для соединений с высоким содержанием золы. Когда используются вспомогательные вещества для сжигания, следует убедиться, что высвобождение тепла при проведении испытаний соот-

ветствует руководству производителя калориметров. Следует отказаться от проведения испытаний, если обнаружены не полностью сгоревшие образцы или закопченные отложения. Следует использовать рекомендованные производителем постоянные значения для коррекции кислоты или промывать внутреннюю часть бомбы дистиллированной водой, содержащей кислотно-щелочной индикатор титрования, до тех пор, пока промывочные воды не будут освобождены от кислоты. Следует ополаскивать только внешнюю часть капсулы с топливом, соблюдая осторожность, чтобы не затронуть остаток золы в капсуле с топливом. Титруют промывочные воды с использованием стандартного раствора в качестве предписанного реагента или pH-метра.

10.3.7 Следует использовать рекомендуемые производителем постоянные величины или удалять, измерять или взвешивать куски не полностью сгоревшего запального провода, а далее вычитать полученные значения из первоначальной длины или массы для определения количества провода, израсходованного при зажигании. Перед взвешиванием провода с концов провода удаляют «шарики» окисленного металла. Если используется провод с хлопковыми нитями, используют рекомендованную производителем коррекцию калорий.

#### 10.4 Расчеты

##### 10.4.1 Повышение (прирост) температуры

Соответствующие используемые данные получают так, как описано в 10.3.5; рассчитывают исправленный прирост температуры  $t$  следующим образом:

$$t = t_c - t_a + C_r \quad (1)$$

где  $t$  — исправленный прирост температуры, °C (°F);

$t_c$  — конечное значение температуры °C (°F);

$t_a$  — начальное значение температуры в момент зажигания, °C (°F);

$C_r$  — поправка на излучение (см. приложение А).

##### 10.4.2 Термохимическая коррекция (см. приложение X1)

Для каждого испытания проводят следующие расчеты:

$e_1$  — коррекция теплоты образования  $\text{HNO}_3$ , Дж (см. X1.2). Один миллилитр (1 мл или 1 см<sup>3</sup>) стандартного раствора  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  эквивалентен 4,2 Дж (1,0 кал) и может рассматриваться в качестве постоянной величины, рекомендуемой производителем калориметров;

$e_2$  — коррекция теплоты сгорания запального провода, Дж (см. X1.3), или может рассматриваться в качестве постоянной величины, рекомендуемой производителем калориметров;

$e_2 = 0,96$  Дж/мм (0,23 кал/мм) или 5,9 Дж/мг (1,4 кал/мг) для сортамента проволоки из сплавов хромель-константан № 34 (британский стандарт);

$e_2 = 1,13$  Дж/мм (0,27 кал/мм) или 7,5 Дж/мг (1,8 кал/мг) для сортамента железной проволоки № 34 (британский стандарт).

10.4.3 Рассчитывают теплоемкость калориметра следующим образом:

$$E = [(H_c m) + e_1 + e_2]/t, \quad (2)$$

где  $E$  — теплоемкость калориметра;

$H_c$  — теплота сгорания бензойной кислоты, как установлено в сертификате НИСТ, Дж/кг в воздухе (или по ГОСТ 147);

$m$  — масса бензойной кислоты (в воздухе), г;

$e_1$  — поправка на титрование (10.4.2);

$e_2$  — поправка на провод зажигания (10.4.2);

$t$  — исправленный прирост температуры (10.4.1).

Для расчета образца см. X4.

10.5 Следует повторять процедуры стандартизации десять раз или как минимум шесть раз. Расчет стандартного отклонения представлен в таблице 2 (процент относительной стандартной девиации составляет стандартную девиацию, умноженную на 100 и разделенную на среднее значение).

## 11 Повторные тесты по стандартизации

11.1 Следует проверять значение теплоемкости после изменения какой-либо части бомбы или калориметра как минимум один раз в месяц.

11.1.1 Если результат нового отдельного теста по стандартизации отличается от предыдущего значением энергетического эквивалента, равным 0,33 % теплоемкости, предыдущее стандартное значение признается сомнительным, в связи с чем требуется проведение второго теста.

11.1.2 Разность между двумя новыми тестами по стандартизации не должна превышать 0,23 % теплоемкости, а среднее значение двух тестов по стандартизации не должно отличаться от предыдущего значения стандарта более чем на  $\pm 0,25$  % значения теплоемкости. Если результаты соответствуют этим требованиям, нет необходимости в изменении стандарта для калориметра.

11.1.3 Если результаты не соответствуют требованиям, приведенным в 11.1.2, необходимо провести более двух тестов по стандартизации. Диапазон значений для четырех тестов по стандартизации не должен превышать 0,35 % значения теплоемкости, а среднее значение четырех новых тестов по стандартизации не должно отличаться от значения предыдущего стандарта более чем на  $\pm 0,17$  % значения теплоемкости. Если результаты соответствуют этим требованиям, нет необходимости в изменении стандарта для калориметра.

11.1.4 Если результаты не соответствуют требованиям, приведенным в 11.1.3, необходимо провести пятый и шестой тесты по стандартизации. Диапазон значений шести новых тестов по стандартизации не должен превышать 0,44 % значения теплоемкости, а среднее значение четырех новых тестов по стандартизации не должно отличаться от значения прежнего стандарта более чем на  $\pm 0,17$  % значения теплоемкости. Если результаты соответствуют этим требованиям, нет необходимости в изменении стандарта для калориметра. Если результаты не соответствуют требованиям, следует использовать новое среднее значение последних шести тестов по стандартизации.

11.2 Обзор численных требований на каждой стадии повторных тестов по стандартизации приведен в таблице 3. Подобная таблица может быть создана для статического калориметра при использовании факторов, приведенных в 2.7.

Т а б л и ц а 3 — Сводка численных требований

Номер испытания	Максимальный диапазон результатов, относящихся к теплоемкости системы, %	Максимальная разница между $X_1$ и $X_2$ , относящаяся к теплоемкости системы, %
1	—	$\pm 0,33$
2	0,23	$\pm 0,25$
4	0,33	$\pm 0,17$
6	0,40	$\pm 0,17$

#### П р и м е ч а н и я

- 1 При превышении значений, приведенных в таблице, требуется проведение дополнительных испытаний.
- 2  $X_1$  — среднее значение оригинального стандарта;  $X_2$  — среднее значение проверочных испытаний.

## 12 Проведение испытания образцов отходов

### 12.1 Взвешивание образцов, предназначенных для испытания

Взвесить репрезентативную часть отходов с точностью до 0,1 мг и сжечь ее согласно рекомендациям производителей калориметров (минимум 0,4 г).

П р и м е ч а н и е — Для образцов отходов, которые имеют высокое содержание золы или влаги или представляют собой образцы золы, которые не сгорают полностью, рекомендуется одна из следующих процедур:

1) Для достижения хорошего воспламенения массу образца можно варьировать. Если масса варьируется, необходимо повторно откалибровать калориметр, чтобы теплоемкость базировалась на таком же приросте температуры, как и полученное значение для образца с новой массой.

2) Известное количество бензойной кислоты может быть смешано с образцом в качестве дополнительного агента. При расчете теплотворной способности образца необходимо учитывать теплоту сгорания бензойной кислоты.

3) Если обнаружено известное количество отложений, следует использовать рекомендуемое производителем постоянное значение поправки на образование кислоты или промывать внутреннюю часть бомбы дистиллированной водой, содержащей индикатор для титрования, до тех пор, пока в промывочных водах не останется кислоты. Следует ополоснуть только внешнюю часть капсулы с топливом, соблюдая осторожность, чтобы не затро-

нуть остаток золы в капсуле с топливом. Титруют промывочные воды с использованием стандартного раствора в качестве предписанного реагента или рН-метра.

12.2 Летучие компоненты должны взвешиваться в желатиновых капсулах или держателях образца, которые герметизируются целлюлозной лентой, не содержащей галогенов. Образцы, содержащие частицы металла, должны сжигаться в кварцевых капсулах.

12.3 Следует проводить процедуры по стандартизации бомбы и наблюдению за температурой так, как описано в 10.3.2—10.4.2.

12.4 Капсулу с топливом удаляют и высушивают на горячей пластине. Взвешивают капсулу с топливом, содержащим остаток золы, на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

### 13 Проведение расчетов

13.1 Расчет исправления прироста температуры  $t$  проводят так, как показано в 10.4.1.

13.2 Термохимическая коррекция (см. X1).

Расчет для каждого теста проводят согласно следующему описанию:

$e_1$  — поправка на теплоту образования  $\text{HNO}_3$  (см. X1.2).

Каждый миллилитр стандартного раствора натрия карбоната эквивалентен 4,2 Дж (1 кал). Эта поправка может рассматриваться в качестве постоянного значения.

$e_2$  — поправка на теплоту сгорания проволоки для зажигания (см. X1.3).

$e_2$  — 0,96 Дж/мм (0,23 кал/мм) или 5,9 Дж/мг (1,4 кал/мг) для сортамента проволоки из сплава хромель-константан № 34 (британский стандарт). Эта поправка может рассматриваться в качестве постоянного значения.

$e_2$  — 1,13 Дж/мм (0,27 кал/мм) или 7,5 Дж/мг (1,8 кал/мг) для сортамента железной проволоки № 34 (британский стандарт).

$e_3$  — коррекция разности между теплотой образования  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и теплотой образования  $\text{HNO}_3$ , Дж (см. X1.2).

$e_3$  = 55,2 Дж/г (13,17 кал/г) учитываются при расчете содержания серы в процентах в образце относительно массы образца.

$e_4$  = коррекция при использовании дополнительного материала, этиленгликоля, минерального масла, желатиновой капсулы или ленты, равная  $m(g) \cdot H_c$  (Дж/г).

### 14 Теплотворная способность (теплота сгорания)

#### 14.1 Высшая теплота сгорания

Вычисления могут быть выполнены с помощью микропроцессора, или оператор может вычислить высшую теплоту сгорания:

$$Q_v \text{ (высшая)} = [(tE) - e_1 - e_2 - e_3 - e_4]m, \quad (3)$$

где  $Q_v$  — высшая теплота сгорания, Дж/кг;

$t$  — корректируемое повышение температуры, рассчитываемое согласно 10.4.1;

$E$  — теплоемкость, рассчитываемая согласно 10.4.3;

$e_1, e_2, e_3, e_4$  — коррекции, описанные в 13.2;

$m$  — масса образца, г.

Для расчета высшей теплоты сгорания образца см. X4.

#### 14.2 Низшая теплота сгорания

Низшую теплоту сгорания  $Q_n$  рассчитывают, как описано далее:

$$Q_n = Q_v - 0,2122H, \quad (4)$$

где  $Q_n$  — низшая теплота сгорания, МДж/кг;

$Q_v$  — высшая теплота сгорания, МДж/кг;

$H$  — массовая доля общего водорода, %.

Примечание — При выполнении этих расчетов теплота сгорания выражается в джоулях на килограмм. Для получения теплотворной способности в других единицах см. таблицу 1.

## 15 Зола

### 15.1 Предполагаемое содержание золы

Вычисление предполагаемого содержания золы производят так, как описано далее:

$$\text{содержание золы, \%} = (r - c)100/g, \quad (5)$$

где  $r$  — масса капсулы и осадка, г;

$c$  — масса только капсулы, г;

$g$  — масса образца, г.

## 16 Прецизионность и смещение

16.1 Высшая теплота сгорания: данные о повторяемости, воспроизводимости и отклонениях не определялись.

16.2 Содержание золы: данные о повторяемости, воспроизводимости и отклонениях не определялись.

**Приложение А**  
**(обязательное)**

**А.1 Термометрические коррекции****А.1.1 Термометрические коррекции**

Необходимо вносить отдельные коррекции, описанные далее, в том случае, если без проведения коррекции происходит изменение теплоемкости на 11,3 Дж (2,7 кал) или более.

**А.1.1.1 Коррекция калибровки**

Коррекция калибровки должна осуществляться в соответствии с сертификатом, подготовленным отделом по калибровке.

**А.1.1.2 Коррекция излучения (учет теплообмена)**

Коррекция излучения (учет теплообмена) используется для вычисления потери тепла водяной оболочкой. Она базируется на формулах Дикинсона [1], Реньо-Пфаундлера [2] или методе Горного управления США [3]. При проведении калибровки и тестовых измерениях должен использоваться один и тот же метод коррекции излучения.

**А.1.1.2.1 Формула Дикинсона [1]**

$$C_r = -r_1(b - a) - r_2(c - b), \quad (\text{А.1.1})$$

где  $C_r$  — коррекция излучения;

$r_1$  — скорость повышения температуры в минуту в предварительный (начальный) период;

$r_2$  — скорость повышения температуры в минуту в заключительный (конечный) период; (если температура падает, величина  $r_2$  является отрицательной);

$a$  — время измерения температуры  $t_a$ , мин;

$b$  — время измерения температуры  $t_b + 0,60(t_c - t_a)$ , мин;

$c$  — время измерения температуры  $t_c$ , мин;

$t_a$  — температура при зажигании (начальная температура);

$t_c$  — конечная температура, являющаяся той температурой, после которой скорость изменения выравнивается.

**А.1.1.2.2 Формула Реньо-Пфаундлера [2]**

$$C_r = nr_1 + kS, \quad (\text{А.1.2})$$

где  $C_r$  — коррекция излучения;

$n$  — время, соответствующее периоду сгорания, мин,

$k = (r_1 - r_2)/(t^* - t')$ ;

$S = t_n - 1 + (1/2)(t_1 + t_n)n$ ;

$t'$  — средняя температура в предварительный период;

$t^*$  — средняя температура в заключительный период;

$r_1, r_2$  — см. А.1.1.2.1;

$t_1, t_2, t_3, \dots, t_n$  — последовательно регистрируемая температура во время периода сгорания с интервалом, равным 1 мин;

$(t_n - 1)$  — сумма  $t_1, t_2, t_3, \dots, t_n - 1$ .

**А.1.1.2.3 Метод Горного управления США [3]**

Таблица коррекции излучения может быть составлена так, чтобы для определения теплотворной способности (теплоты сгорания) какого-либо топлива требовались только начальные и конечные данные. Этого можно достигнуть, выполняя серию тестов согласно процедуре, описанной в разделе 10, и согласно следующим условиям. Следует отрегулировать количество сжигаемого образца так, чтобы в сериях проведенных определений были получены различные значения повышения температуры. Для всех определений следует поддерживать температуру водяной оболочки постоянной, зажигать бомбу при одной и той же начальной температуре, время, протекающее между получением начальных и конечных данных ( $s - a$ ), также должно быть одинаковым ( $\pm 2$  с). Следует определять значение поправки на излучение для каждой серии температурных повышений, используя метод Дикинсона (см. А.1.1.2.1) или метод Реньо-Пфаундлера (см. А.1.1.2.2). Эти коррекции являются постоянными для определенного (конкретного) повышения температуры. На основании серий полученных данных подготавливают таблицы или графики, чтобы показать соотношение коррекции излучения и повышения температуры. Как только таблицы или графики будут подготовлены, коррекции излучения могут быть получены из них, но до тех пор, пока не произойдет существенного изменения в оборудовании.



## Приложение X (справочное)

### X.1 Термохимические коррекции

#### X.1.1 Энергия (теплота) образования азотной кислоты

Коррекция  $e_3$  (см. 10.4.2 и 13.2) применяется для кислотного титрования. Эта коррекция основывается на следующих предположках:

1) вся оттитрованная кислота является азотной кислотой  $\text{HNO}_3$ , образовавшейся в результате следующей реакции:  $1/2 \text{N}_2 (\text{г}) + 3/4 \text{O}_2 (\text{г}) + 1/2 \text{H}_2\text{O} (\text{л}) = \text{HNO}_3$  (в 500 молях  $\text{H}_2\text{O}$ );

2) энергия образования  $\text{HNO}_3$  приблизительно в 500 молях воды в условиях бомбы составляет минус 59,0 (–59,0) кДж/моль. Отрицательное значение теплоты образования химического соединения означает, что реакция является экзотермической. Согласно определению, теплота, выделяемая в процессе сгорания, выражается положительным значением. Отрицательные значения энергии, получаемые при коррекциях азотной и серной кислот, выражаются при вычислениях как положительные значения.

X.1.1.1 Подходящей для расчетов концентрацией раствора натрия карбоната  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  является 37,6 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3/1000$  мл (см<sup>3</sup>), что дает  $e_1 = 10V$ , где  $V$  — объем  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , мл. Если также присутствует серная кислота  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , часть поправки на  $\text{H}_2\text{SO}_4$  также присутствует в поправке  $e_1$  и оставшаяся часть — в поправке  $e_3$ .

#### X.1.2 Энергия (теплота) образования серной кислоты

Согласно определению, высшую теплоту сгорания получают, когда продуктом сгорания серы в образце является  $\text{SO}_2 (\text{г})$ . Однако при фактических процессах сгорания в бомбе вся сера обнаруживается как  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в промывочных водах бомбы. Поправка  $e_3$  (см. 13.2) применяется для серы, которая преобразована в  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Эта коррекция основана на энергии образования  $\text{H}_2\text{SO}_4$  в тех растворах, которые будут присутствовать в бомбе в конце сгорания. Эта энергия определяется как –295,0 кДж/моль. Когда присутствуют азотная и серная кислоты, применяют поправку 2(–59,0) кДж/моль по сере ( $e_3$ ), с тем чтобы необходимая дополнительная поправка составляла разность в теплотах образования азотной и серной кислот; поправка на серу в пробе составляет:  $-295,0 - (-2 \cdot 59,0) = -177$  кДж/моль или — 5,52 кДж/г (55,2 Дж/г · масса образца в граммах · содержание серы в пробе, %). Это приводит к тому, что  $e_3$  составляет 13,17 кал/г · масса пробы в граммах · содержание серы в пробе (%). Для вычисления теплотворной способности в Бте/фунт должен использоваться фактор 23,7 Бте/г (= 55,2/2,326 · 1,8) для  $e_3$  (см. 13.2). Заявленные значения верны для пробы, содержащей приблизительно 5 % серы и 5 % водорода. Было также сделано предположение, что  $\text{H}_2\text{SO}_4$  полностью растворена в воде, конденсированной в процессе сгорания образца [4].

X.1.2.1 Если сжигают пробу массой в один грамм, образующаяся  $\text{H}_2\text{SO}_4$  конденсируется с водой на стенках бомбы в соотношении около 15 молей воды к 1 молю  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Для такой концентрации энергия реакции  $\text{SO}_2 (\text{г}) + 1/2 \text{O}_2 (\text{г}) + \text{H}_2\text{O} (\text{л}) = \text{H}_2\text{SO}_4$  (в 15 молях  $\text{H}_2\text{O}$ ) в условиях проходящих в бомбе процессов составляет –295 кДж/моль [4]. Для проб с различной массой или содержанием серы результирующая нормальность образованной кислоты может существенно отличаться, поэтому нормальность титранта должна быть подобрана соответствующим образом. Положенный в основу принцип вычисления по пробе со сравнительно большим содержанием серы уменьшает возникновение возможных ошибок, потому что для небольшого содержания серы (%) коррекция имеет меньшую величину.

**Примечание** — В качестве справочных материалов к данному разделу рекомендуется использовать (ГОСТ 2059, ГОСТ 8606).

#### X.1.3 Проволока (для зажигания)

Следует вычислять энергию, внесенную при сгорании проволоки, в соответствии с указаниями, подготовленными поставщиком проволоки. Энергия, требуемая для расплавления платиновой проволоки, является постоянной для каждого эксперимента, если используется одинаковое количество платиновой проволоки. Поскольку энергия мала, ее вклад сбалансирован в экспериментах по стандартизации (калибровки) и определению теплотворной способности, и ею можно пренебречь.

### X.2 Отчет о результатах в других единицах

X.2.1 Высшая теплота сгорания может быть выражена в джоулях на килограмм, калориях на грамм или британских тепловых единицах на фунт. Соотношения между этими единицами приведены в таблице 1.

### X.3 Информация об отборе проб

X.3.1 Используют методы испытания твердых отходов, физико-химические методы или их эквиваленты, в том числе по ГОСТ 147.

### X.4 Примеры расчетов

#### X.4.1 Теплостойкость

Расчет по 10.4.3:

$$E = [(H_c m) + e_1 + e_2]/t, \quad (\text{X.1})$$

где  $H_c = 6318$  кал/г;

$m = 1,0047$  г;

$e_1 = 10,4$  кал — поправка на кислотообразование;

$e_2 = 18,2$  кал — поправка на теплоту сгорания проволоки для зажигания;

$t = 2,542$  °С;

$E = [(6318 \text{ кал/г} \cdot 1,0047 \text{ г}) - 10,4 \text{ кал} - 18,2 \text{ кал}] / 2,6350 \text{ °С};$

$E = 2398,1$  кал/°С.

#### X.4.2 Теплота сгорания

Расчеты по 14.1:

$$Q_w = [(tE) - e_1 - e_2 - e_3 - e_4]/m, \quad (\text{X.2})$$

где  $E = 2398,1$  кал/°С;

$t = 2,417$  °С;

$e_1 = 27,1$  кал — поправка на кислотообразование;

$e_2 = 17,9$  кал — поправка на теплоту сгорания проволоки для зажигания;

$e_3 = 13,17 \cdot 1,24 \% \cdot 0,7423 \text{ г}$  — поправка на серу;

$e_4 = 11\,000 \text{ кал/г} \cdot 0,2043 \text{ г}$  — спайк-поправка;

$m = 0,7423$  г — масса пробы;

$Q_w = [(2398,1 \text{ кал/°С} \cdot 2,417 \text{ °С}) - 27,1 \text{ кал} - 17,9 \text{ кал} - 12,1 \text{ кал} - 2247 \text{ кал} (3492,11 \text{ кал})] / 0,7423 \text{ г};$

$Q_w = 4704,01$  кал/г.

**Приложение ДА**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов  
международным стандартам, использованным в качестве  
ссылочных в примененном стандарте АСТМ**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ Р 50779.10—2000	MOD	ИСО 3534-1:1993 «Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения»
ГОСТ Р 52501—2005	MOD	ИСО 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
ГОСТ 147—95	MOD	ИСО 1928:1976 «Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания»
ГОСТ 2059—95	IDT	ИСО 351:1996 «Топливо твердое минеральное. Метод определения общей серы сжиганием при высокой температуре»
ГОСТ 8606—93	MOD	ИСО 334:1992 «Топливо твердое минеральное. Определение общей серы. Метод Эшка»
ГОСТ 27313—95	MOD	ИСО 1170:1977 «Топливо твердое минеральное. Обозначение показателей качества и формулы пересчета результатов анализа для различных состояний топлива»
<p><b>Примечание</b> — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- IDT — идентичные стандарты;</li> <li>- MOD — модифицированные стандарты.</li> </ul>		

**Библиография**

- [1] Dickinson H.C., Bulletin, U.S. Bureau of Standards, Vol. 11, 1951, p. 189  
 [2] Pfaundler L. Annalen der Physik (Leipzig), ANPYA, Vol. 129, 1966, p. 102  
 [3] «Methods of Analyzing and Testing Coal and Coke», U.S. Bureau of Mines, Bulletin 638, XMBUA, 1967, pp. 16—17  
 [4] Mott R.A., Parker C., «Studies in Bomb Calorimetry IX — Formation of Sulfuric Acid», Fuel, FUEL B, Vol. 37, 1958, p. 371

---

УДК 62.1:62-665.3/  
628.4.043/628.4.04-405:  
628.474.38:504:  
544.332.3:006.354

ОКС 75.160.10

ОКП 03200

ОКСТУ 0309

Ключевые слова: зола, бомбовый калориметр, теплота сгорания, теплотворная способность, калориметр, изопериболический бомбовый калориметр

---

Редактор *Н.О. Грач*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *И.А. Королева*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 08.10.2012. Подписано в печать 18.12.2012. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 2,32.  
Уч.-изд. л. 2,15. Тираж 135 экз. Зак. 1119.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru  
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.