

# 25

## Wyznaczanie stałej kalorymetru.



**Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy DOKŁADNIE przeczytać całą instrukcję i zapoznać się ze stanowiskiem. Wszelkie wątpliwości i nieprawidłowości w działaniu urządzenia należy niezwłocznie zgłosić prowadzącemu.**

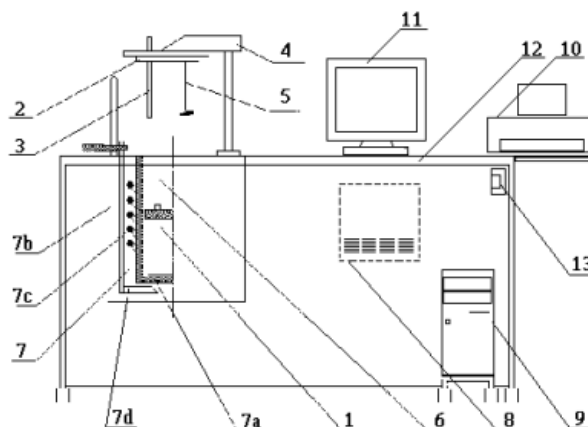
## I. Wiadomości wstępne

Przedstawiony na rysunku 1 kalorymetr KL-12Mn przeznaczony jest do pomiaru ciepła spalania paliw stałych oraz płynnych.

a)



b)



Rys. 1

a) Kalorymetr KL-12Mn (<http://www.precyzja.pl/>)

b) Schemat kalorymetru KL-12Mn (<http://www.precyzja.pl/>)

Kalorymetr składa się z:

- 1) Bomba kalorymetryczna,
- 2) Pokrywa kalorymetru,
- 3) Czujnik temperatury,
- 4) Uchwyt pokrywy z napędem mieszadła mechanicznego,
- 5) Mieszadło mechaniczne,
- 6) Naczynie kalorymetryczne,
- 7) Płaszcz kalorymetru:
  - a. Ścianka wewnętrzna,
  - b. Ścianka zewnętrzna,
  - c. Wężownica,
  - d. Mieszadło ręczne.
- 8) Zespół sterujący,
- 9) Komputer,
- 10) Drukarka,
- 11) Monitor,
- 12) Stół kalorymetru,
- 13) Listwa zasilająca z włącznikiem.

Metoda pomiaru jest zgodna z wymogami Polskiej Normy. Wyznaczanie ciepła spalania polega na całkowitym spalaniu próbki paliwa (w przypadku wyznaczania stałej kalorymetru spalana jest substancja o znanej i stałej wartości opałowej – kwas benzoesowy) w atmosferze tlenu pod ciśnieniem w bombie kalorymetrycznej zanurzonej w wodzie i pomiarze przyrostu temperatury tej wody. Ciepło spalania wyliczane jest automatycznie i przedstawiane na ekranie komputera. W przypadku wyznaczanie stałej kalorymetru, ciepło spalania jest podane, wyliczana jest stała kalorymetru. Pomiar temperatury wykonywany jest z dokładnością 0,001°C.

## II. Przygotowanie i przeprowadzenie pomiaru

1. Przygotowanie bomby kalorymetrycznej i próbki paliwa.
  - a. Zważyć tygiel do spalania próbki paliwa z dokładnością do 0,0002g. Tygiel powinien być czysty.
  - b. Odważyć w tyglu 1g paliwa (lub kwasu benzoowego do wyznaczania stałej kalorymetru) z dokładnością do 0,0002g.
  - c. Odciąć 12÷15cm drutu zapłonowego i zważyć z dokładnością do 0,0002g. W środkowej części drutu wykonać 3 zwoje o średnicy około 2mm.
  - d. Przygotowaną próbkę paliwa oraz drut umieścić w pastylarce (rys. 2) w celu wykonania pastylki. Wykonane zwoje drutu nie powinny być widoczne w gotowej pastylce. W przeciwnym wypadku powtórzyć kroki a-d.
  - e. Przygotowaną pastylkę ponownie umieścić w tyglu. Tygiel umieścić w obsadzie tygla (rys. 3).
  - f. Końce drutu zapłonowego umieścić w nacięciach na elektrodach w głowicy bomby i delikatnie zacisnąć tulejkami. Drut nie powinien dotykać ścianek tygla.
  - g. Do korpusu bomby (uprzednio wysuszone lub dokładnie wytartego) wlać pipetą 2÷5ml wody destylowanej.
  - h. Głowicę bomby ostrożnie umieścić w korpusie. Założyć zwilżony pierścień uszczelniający, pierścień metalowy, założyć nakrętkę i dokręcić rękoma.
  - i. Bombę ostrożnie przenieść w pobliże butli z tlenem (w pozycji pionowej) i napełnić bombę tlenem do ciśnienia podanego przez prowadzącego. Ciśnienie zależne jest od rodzaju badanego paliwa. Napełnienie bomby należy wykonać w następujący sposób:
    - WSZYSTKIE CZYNNOŚCI WYKONYWAĆ RĘKOMA. UPEWNIĆ SIĘ, ŻE RĘCE SĄ CZYSTE. W ŻADNYM WYPADKU NIE MOGĄ BYĆ ZAMIECZYSZCZONE SMARAMI, OLEJAMI LUB RESZTKAMI PALIWA.
    - Wykręcić z zaworu wlotowego wkręt specjalny.
    - Na miejsce wykręconego wkrętu wkręcić końcówkę węża znajdującego się przy butli z tlenem i dokręcić.
    - Otworzyć zawór wylotowy poprzez wkręcenie regulatora zaworu. Wykonać jeden obrót zgodnie z ruchem wskazówek zegara.
    - Otworzyć zawór na butli z tlenem.
    - Odkręcić zawór za reduktorem i dokonać "przepłukania" bomby tlenem. Czas otwarcia zaworu wylotowego wynosi około 10÷15s. Zakręcić zawór wylotowy poprzez wykonanie obrotu przeciwnie do ruchu wskazówek zegara.
    - Po uzyskaniu wymaganego ciśnienia tlenu za reduktorem napełniać bombę przez okres około 60s. Zamknąć zawór za reduktorem, a następnie zamknąć zawór główny na butli.
    - Odłączyć wąż i wkręcić wkręt specjalny.
  - j. Bombę ostrożnie przenieść do kalorymetru w pozycji pionowej.



Rys. 2 Pastylarka



Rys. 3 Obsada tygla

## 2. Przygotowanie naczynia kalorymetrycznego.

Wytarować naczynie kalorymetryczne z dokładnością do 0,2g i wlać do niego 2700g wody. Ilość wody powinna być tak dobrana, aby zawory wstające z głowicy bomby były zanurzone do około 2/3 wysokości zaworu wylotowego. Temperatura wody powinna być około 1÷1,5K niższa od temperatury wody znajdującej się w płaszczu kalorymetru. W czasie ważenia naczynia kalorymetrycznego wraz z wodą ścianki naczynia ponad powierzchnią zwierciadła wody oraz ścianki zewnętrzne powinny być suche. Naczynie wraz z wodą przenieść za pomocą uchwytów i ustawić na podstawce w płaszczu kalorymetru. Naczynie należy ustawić w takiej pozycji, aby wycięcie znajdowało się na jego obrzeżu znajdowało się na wprost wyjścia przewodów zapłonowych ze ściany wewnętrznej płaszcza.

## 3. Przygotowanie kalorymetru.

Przygotowaną bombę kalorymetryczną wstawić do naczynia z wodą (naczynia kalorymetrycznego). Jeżeli po wstawieniu bomby do wody wydobywają się z niej pęcherzyki gazu, świadczy to o nieszczelności bomby. W takim przypadku należy bombę wyciągnąć, osuszyć, usunąć tlen poprzez wkręcenie zaworu wylotowego, odkręcić nakrętkę i usunąć przyczynę nieszczelności. Następnie wykonać kroki h-j z punktu 1. Jeżeli nieszczelności nie występują, można podłączyć przewody zapłonowe do elektrod w korpusie bomby.

Nasunąć pokrywę z termometrem i mieszadłem. Sprawdzić, czy mieszadło podczas pracy nie będzie uderzało o ścianę naczynia kalorymetrycznego.

## 4. Uruchomienie programu i wykonanie próby.

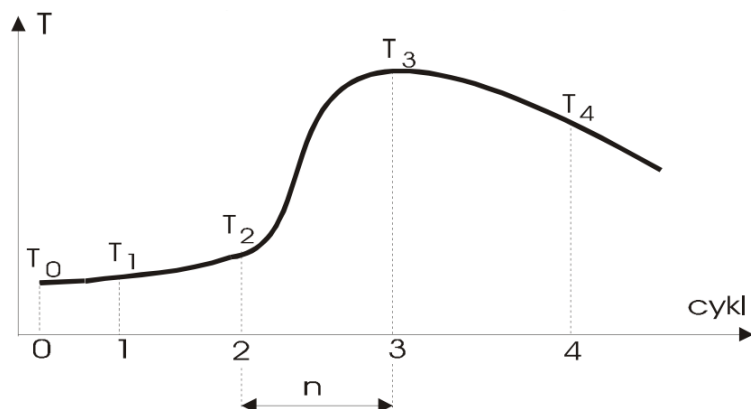
Program uruchamiamy poprzez dwukrotne kliknięcie ikony znajdującej się na pulpicie komputera.

Po uruchomieniu programu uruchamiamy próbę (klikając na ikonie lub wybierając opcję "Próba" z menu głównego). Pojawi się okno, w którym istotne są: "Numer bomby" oraz "Masa próbki". Po wprowadzeniu wymienionych danych klikamy "OK".

Pierwszym etapem jest okres stabilizacji, który kończy się w momencie zarejestrowania przez program, że wahania temperatury wody są nie większe niż 0,006°C w czasie 10s. Następnym etapem jest okres wstępny, zasygnalizowany przez zapis temperatury T1, a kończy się on po 5 minutach zapisem temperatury T2. W tym momencie następuje zapłon próbki i rozpoczęcie okresu głównego. W tym czasie w minutowych odstępach program będzie określał, czy następuje wzrost temperatury. Etap ten kończy się odczytem temperatury T3, która jest temperaturą maksymalną. Po określeniu tej temperatury

rozpoczyna się okres końcowy, który trwa 5 minut i kończy się wyświetleniem temperatury  $T_4$ . Wraz z wyświetleniem temperatury  $T_4$  wyświetlony zostaje obliczone ciepło spalania.

W trakcie trwania pomiaru na ekranie monitora generowany będzie wykres zmiany temperatury w czasie. Przykładowy wykres przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4 Wykres zmiany temperatury w trakcie pomiaru

#### 5. Czynności końcowe.

Po zakończeniu cyklu pomiarowego podnieść pokrywę zamykającą naczynie kalorymetryczne, odłączyć przewody zapłonowe, wyjąć bombę trzymając za zawory, osuszyć ściereczką.

Postawić bombę na pierścieniu (rysunek 5), otworzyć zawór wylotowy poprzez wkręcenie zaworu wylotowego i wypuścić gazy spalinowe. Odkręcić nakrętkę, wyjąć głowicę bomby i umieścić ją na statywie (rysunek 6).

Sprawdzić, czy w tyglu jak i w bombie nie zostały resztki paliwa. Jeżeli są widoczne ślady niespalonego paliwa, próbę należy powtórzyć.

Tygiel wyjąć z obsady i oczyścić. Zdjąć resztki drutu zapłonowego i zważyć.

Oczyścić bombę kalorymetryczną, spłukać wodą destylowaną i osuszyć ściereczką.



Rys. 5 Pierścień-statyw bomby



Rys. 6 Statyw głowicy bomby

#### 6. Czynniki wymagające powtórzenia próby:

- mały przyrost temperatury okresu głównego, świadczący o niecałkowitym spalaniu próbki,
- informacja o braku zapłonu próbki,
- ślady niespalonego paliwa w bombie po pomiarze,
- różnica w obliczonym ciepłe spalania tej samej substancji z przynajmniej dwóch następujących po sobie prób większa niż 120kJ/kg.

### III. Wyznaczanie stałej kalorymetru

Oznaczanie stałej kalorymetru przeprowadza się w takich samych warunkach i na tym samym urządzeniu, na którym następnie przeprowadzane będą pomiary do wyznaczenia ciepła spalania paliwa.

Do oznaczenia pojemności cieplnej kalorymetru należy użyć wzorca termochemicznego o znanym cieple spalania. Jednym z takich wzorców (wykorzystywanym na zajęciach) jest kwas benzoowy  $C_7H_6O_2$  o cieple spalania  $Q=26477$  [kJ/kg].

Pojemność cieplną kalorymetru oblicza się ze wzoru:

$$K = \frac{m \cdot Q + c_1}{D_t - k} \quad \left[ \frac{J}{K} \right] \quad 1$$

gdzie:

$K$  - stała kalorymetru [J/K]

$m$  - masa odważki substancji wzorcowej [g]

$Q$  - ciepło spalania substancji wzorcowej [kJ/kg]

$c_1$  - poprawka na ciepło spalania drutu oporowego (wzór 2) [J]

$D_t$  - ogólny przyrost temperatury okresu głównego ( $T_3-T_2$ ) [K]

$k$  - poprawka na wymianę ciepła kalorymetru z otoczeniem (wzór 3) [K]

$$c_1 = (m_1 - m_2) \cdot q \quad [J] \quad 2$$

gdzie:

$m_1$  - masa drutu oporowego przed pomiarem [g]

$m_2$  - masa drutu oporowego po pomiarze [g]

$q$  - ciepło spalania drutu oporowego równe 7500 [kJ/kg]

$$k = 0,5 \cdot [0,2 \cdot (T_2 - T_1) + 0,2 \cdot (T_4 - T_3)] + 0,2 \cdot (n - 1) \cdot (T_4 - T_3) \quad [K] \quad 3$$

gdzie:

$n$  - liczba minut okresu głównego [-]

$T_1-T_4$  - temperatury charakterystyczne bilansu [°C]

Za stałą kalorymetru przyjąć średnią arytmetyczną wyników przynajmniej pięciu oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 42 [J/K]. Wynik należy zaokrąglić do liczby całkowitej.

**POLITECHNIKA POZNAŃSKA**  
**Instytut Energetyki Ciepłej**  
**ite.put.poznan.pl**

**Temat:**

**Wyznaczanie stałej kalorymetru.**

Imię i nazwisko		Rok akademicki	
		Wydział	
		Grupa	
Data wykonania ćwiczenia	Data zaliczenia	Ocena ze sprawdzianu	Ocena ćwiczenia

**Paliwo**

Wilgotność przemijająca $W_{ex}$ [%]	
Wilgotność analityczna $W^a$ [%]	
Zawartość popiołu $A^a$ [%]	
Masa paliwa spalonego w bombie $m$ [g]	
Masa drutu zapłonowego przed spaleniem $m_1$ [g]	
Masa drutu zapłonowego po spaleniu $m_2$ [g]	
Zawartość siarki całkowitej w próbce $S_t^a$ [%]	
Ciepło spalania drutu zapłonowego $q_1$ [kJ/kg]	
Zawartość wodoru w próbce analitycznej $W^a$ [%]	

**Kalorymetr**

Stała kalorymetru $K$ [J/K]	
Temperatura otoczenia [°C]	
Temperatura wody w płaszczu kalorymetru [°C]	
Temperatura wody w naczyniu kalorymetru [°C]	
Masa naczynia na wodę [g]	
Masa naczynia z wodą [g]	
Masa wody w naczyniu [g]	

**Wyniki pomiarów**

Okres początkowy			Okres główny		Okres końcowy		
Lp.	°C	$\Delta t$	Lp.	°C	Lp.	°C	$\Delta t$
0			1		1		
1			2		2		
2			3		3		
3			4		4		
4			5		5		
5			6				
			7				
			8				
			9				
			10				
			11				
			12				
			13				
			14				
			15				
			16				
			17				
			18				
				n= .....min			

**Miejsce na obliczenia i wnioski**



