

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЙ СПЕЦПРАКТИКУМ

Работа №

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОТВОРНОЙ СПОСОБНОСТИ ТОПЛИВА КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

1. Цель работы: Закрепление лекционного материала по отдельным разделам теории горения, конвективного теплообмена и экспериментальных методов теплофизических измерений; освоение работы калориметром В-08М, термометром Бекмана, системой кислородных редукторов и другим оборудованием установки; измерение теплотворной способности образцов твердых и жидких топлив.

2. Основы теории метода

Сущность метода заключается в полном сжигании навески топлива в кислороде под давлением в калориметрической бомбе (при постоянном объеме) и измерении прироста температуры воды в калориметрическом сосуде, а также в определении поправок на теплоту, выделяемую при сжигании проволоки, и теплоту образования серной и азотной кислот. Определение теплотворной способности топлива производится с помощью водяного калориметра В-08М с калориметрической бомбой.

При сжигании навески топлива энергия выделяется в основном в виде тепла. Удельная теплота сгорания Q определяется по эффективной теплоемкости калориметра C , массе навески топлива m и изменению температуры системы ΔT :

$$Q = \frac{C \Delta T}{m} \quad (2.1)$$

Кроме того, часть энергии при сгорании некоторых топлив тратится на образование химических соединений продуктов реакции (серной кислоты), если в топливе есть сера, а в бомбе присутствует вода.

Исходя из этого, для определения теплотворной способности топлива при его сжигании в калориметрической бомбе необходимо определить, насколько повысилась температура калориметрической системы, и сколько образовалось серной кислоты.

3. Описание установки и методики измерений

3.1.1. На передней части калориметра расположена лицевая панель 6 (рис.1,2,3) с элементами управления и сигнализации:

- выключатель “Сеть” для подачи электропитания на калориметр,
- тумблеры “Нагреватели” для подачи электропитания на нагреватели сосуда и оболочки,
- тумблеры “Мешалки”, включением которых приводятся во вращение мешалки оболочки и калориметрического сосуда для поддержания равномерности температур по всему объему,
- тумблеры “Вибратор”, “Зуммер” и “Осветитель термометра” для включения цепи управления электромеханическим вибратором и электрическим звонком, подающим сигналы для измерения температуры, и подсветка шкалы термометра,
- кнопка “Зажигание” для осуществления запыла образцового вещества в калориметрической бомбе. В момент нажатия кнопки гаснет сигнальная лампа “Контроль зажигания”.

На верхней части калориметра расположена вертикальная стойка 23 (рис.1) с двумя держателями 24 метастатического термометра 19, предназначенного для измерения температуры воды в калориметрическом сосуде. На кронштейне 25, который свободно передвигается по стойке 23 и фиксируется в любом положении по высоте, расположены оптическая система 18 и электромеханический вибратор 26. Оптическая система включает лупу шестикратного увеличения и лампу для подсветки шкалы термометра. Электромеханический вибратор обеспечивает через равные промежутки времени постукивание ударником по термометру 19 для устранения влияния капиллярных сил при перемещении ртути.

На верхней крышке калориметра в специальной резиновой втулке установлен термометр 31 для измерения температуры воды в оболочке.

На задней стенке калориметра расположены штуцеры змеевика 27 для подвода и слива охлаждающей воды, кран 28 для слива воды из оболочки и штуцер для контроля уровня воды из оболочки при ее заполнении.

Электропитание калориметра осуществляется поворотом переключателя 1 в положение “ВКЛ”. Включение лампочки “Контроль зажигания” указывает на правильность собранной цепи.

3.1.2. Оболочка калориметра 3 представляет собой тонкостенный цилиндрический бак, на внутренней поверхности которого расположен змеевик 15 для прокачивания воды из водопроводной сети (при необходимости охлаждения воды в оболочке). Для создания большей изотермичности воды в оболочке служит мешалка 16.

3.1.3. В калориметрическом сосуде на специальную опору 29 устанавливается калориметрическая бомба 30. Сверху горловина сосуда закрывается крышкой 7 с токоподводами

цепи зажигания. На дне калориметрического сосуда на оси мешалки 2 закреплены две крыльчатки 3, между которыми находится электрический нагреватель сосуда. На верхней крышке сосуда расположены два ушка для извлечения его из гнезда и переноски при помощи специальной дужки.

3.1.4. Бомба калориметрическая типа П (рис. 3) состоит из корпуса 1, накидной гайки 2 с тремя ножками, крышки 3 контргайки, металлического кольца 4 и резиновой прокладки 5, служащей для уплотнения зазора между корпусом и крышкой. Накидная гайка завинчивается рукой, а окончательное уплотнение осуществляется за счет давления кислорода внутри бомбы, после чего контргайку подвинчивают до упора.

3.2. Испытания проводят следующим образом.

Проба топлива точно измеренной массы помещается в бомбу, заполненную кислородом, а бомба – в калориметрический сосуд с дистиллированной водой. Сосуд с бомбой устанавливается в калориметр, оболочка которого также заполнена дистиллированной водой. Температура воды в сосуде до испытания меньше, чем в оболочке, поэтому после размещения сосуда в калориметре она начинает расти. После выхода на стационарный режим температура в сосуде растет линейно со временем, что измеряется термометром Бекмана с ценой деления 0,01 К с помощью микроскопа, позволяющего оценивать температуру с погрешностью до 0,001 К. Это так называемый начальный период испытаний.

Затем производится “взрыв бомбы” – сжигание навески топлива в кислородной атмосфере бомбы. Температура в бомбе и сосуде начинает резко расти, что также измеряется термометром Бекмана. Это – главный период испытаний.

После выравнивания температуры в сосуде вновь наступает регулярный режим: температура в сосуде, все еще меньшая, чем в оболочке, вновь растет линейно со временем. Это конечный период опыта.

По оценке темпа роста температуры в сосуде в начальном, главном и конечном периоде испытаний рассчитывается величина теплотворной способности исследованного топлива.

Испытания проводятся двумя экспериментаторами. В момент нажатия кнопки “Зажигание” во время опыта экспериментатор должен находиться от калориметра на расстоянии вытянутой руки. Категорически запрещается подходить к калориметру и наклониться над ним в течение последующих 20 секунд после нажатия кнопки “Зажигание”.

4. Порядок подготовки к испытаниям

4.1. Ознакомиться с описанием работы. Подробно разобраться с устройством прибора.

4.2. Взвесить брикет топлива на аналитических весах и осторожно поместить его в чашечку. Определить массу одного отрезка запальной проволоки из меди $m_{пр}$.

4.3. Бомбу типа 1 разложить на специальной подставке, отвинтить клапан, убедиться в чистоте всех поверхностей. Если это не так, промыть все части бомбы и насухо протереть. Чашечку с навеской топлива поместить в кольцо токоведущего штифта бомбы. Укрепить отрезок запальной проволоки на одном конце штифта с помощью колпачка, затем пропустить другой конец через отверстие в брикете и укрепить его на втором конце штифта также с помощью колпачка. Расположить провисающую часть запальной проволоки так, чтобы она не касалась стенок чашечки, а брикет лежал на дне. Убедиться в надежном электрическом соединении запальной проволоки с концами токоведущего штифта бомбы. На крышку бомбы положить металлическое кольцо косым срезом вверх, на него резиновую прокладку и сверху – вкладыш бомбы с клапанами и токоведущим штифтом. Навернуть колпак бомбы до упора с большим усилием.

4.4. Кислородопроводящую трубку от закрепленного специального кислородного редуктора (соединенного с редуктором кислородного баллона) подсоединить к открытому впускному клапану “1” бомбы и затянуть его. Затянуть также и выходной клапан “2”. Открыв вентиль на баллоне, установить на редукторе давление 3.1 МПа (32 кгс/см²) и, осторожно открывая вентиль редуктора, заполнить бомбу до давления 30 кгс/см², не вытесняя из нее воздух.

После этого закрыть сначала впускной вентиль бомбы “1” (затянуть ключом), затем вентиль баллона и отключить кислородопроводящую трубку от бомбы. На клапаны бомбы надеть и затянуть колпачки. Для стабилизации положения колпачка бомбы после заполнения ее кислородом необходимо затянуть с усилием контргайку на вкладыше, после чего заполнение бомбы можно считать законченным.

4.5. Заполнить калориметрический сосуд дистиллированной водой и, накрутив на колпачок бомбы специальной переносный винт взявшись за него, осторожно, не наклоняя (и тем, более не поворачивая) корпуса бомбы, поместить его в сосуд с водой. Убедиться в отсутствии пузырьков кислорода из бомбы. Если они есть, сборка бомбы произведена неверно и все операции следует повторить заново. Если пузырьков нет, к внешним выходам штифта бомбы прикрепляются концы двух проводов, идущих от крышки сосуда. В сосуд заливается дистиллированная вода так, чтобы ее

зеркало покрывало верхней срез крышки бомбы (до риски на переносном винте). Затем переносной винт вывинчивается, и сосуд закрывается крышкой. К зажимам бомбы подключаются провода от клемм крышки калориметра. Оболочку закрывают крышкой, соединяя при этом ось мешалки сосуда с ведущим валом двигателя мешалки, укрепленного на крышке калориметра.

4.6. Осторожно вставляют термометр Бекмана в калориметрический сосуд так, чтобы глубина его погружения составляла 18 см относительно верхней поверхности крышки оболочки. При этом ртутный резервуар термометра будет располагаться посередине сосуда.

Установить визирную трубку микроскопа против отметки шкалы термометра, соответствующей примерно 25°C . Установить специальный лабораторный термометр ТЛ-1 в предназначенное для него гнездо для измерения температуры дистиллированной воды в оболочке калориметра.

5. Порядок проведения эксперимента.

5.1. Включить тумблер “Сеть” калориметра, моторы мешалок сосуда и оболочки и вибратор термометра Бекмана.

5.2. Включить тумблер нагрева оболочки калориметра и довести температуру воды в оболочке до 27°C , после чего выключить тумблер. Лучше выключить тумблер заранее, т.к. некоторое время температура еще будет возрастать по инерции. В течение всего времени испытаний необходимо вручную поддерживать заданную температуру воды в оболочке с точностью $\pm 0,1\text{ K}$, манипулируя кратковременными включениями тумблера электронагревателя оболочки и охлаждающей воды.

5.3. Включив тумблер нагрева воды в сосуде, установить температуру около 25°C (контролируя ее по термометру Бекмана), после чего выключить тумблер и можно начинать первый период испытаний, к которому надо подготовить таблицу записи зависимости температуры от времени (числа полуминутных промежутков z).

5.4. Включить зуммер и записывать температуру воды в сосуде по третьему звонку каждого тройного сигнала зуммера в течение 10 минут. Измерять температуру по термометру Бекмана с погрешностью $0,001\text{ K}$ в делениях шкалы термометра, перевод на величины шкалы Кельвина необходимо сделать после опыта.

5.5. В момент последней записи температуры начального периода включить кнопку зажигания, произведя воспламенение запальной проволоки и сжигание взрывом в бомбе навески топлива в чашке. Если зажигание срабатывает, запальная проволока сгорает, электрическая цепь размыкается и гаснет красная сигнальная лампа “Контроль зажигания”. Это начало главного периода испытаний. Как только взрыв произошел, температура сосуда тотчас должна начать расти значительно быстрее, чем в начальном периоде. Необходимо продолжать записывать температуру воды в сосуде через каждые полминуты, успевая перемещать визирную трубку так, чтобы при снятии показания середина ее находилась точно против конца ртутного столбика термометра. Отсчет температуры производят с погрешностью не более:

$\pm 0,1$ деления – при повышении температуры за 0,5 мин более чем на $0,65\text{ K}$,

$\pm 0,01$ деления – при повышении температуры за полминуты от 0,1 до $0,5\text{ K}$,

$\pm 0,002$ деления – при повышении температуры менее чем на $0,1\text{ K}$.

10 замеров перед взрывом, включая замер в момент взрыва и считая его десятым, относят к начальному периоду испытаний (предшествующие им замеры отбрасывают). Главный период начинается сразу после взрыва и заканчивается с наступлением равномерного изменения температуры воды в сосуде. 10 замеров, начиная с того замера, когда темп роста температуры снова стал равномерным, относят к конечному периоду испытания (все последующие замеры отбрасывают). При затруднениях с определением конца главного периода полуминутные промежутки с результатами отсчета, вызывающими сомнение в равномерности изменения температуры, относят к главному периоду.

5.6. По окончании испытания включают все тумблеры, вынимают термометры, вытирают их насухо и помещают в специальные футляры, причем термометр Бекмана – только вертикально. Снимают крышку калориметра, отключают провода от зажимов бомбы, вынимают бомбу из калориметра, завернув предварительно в нее переносной винт, и вытирают ее снаружи полотенцем. Бомбу устанавливают на стационарную подставку, отвинчивают колпачок с выходного клапана “2”, слегка открывают его и медленно (в течение 4–5 мин) выпускают газ. Затем отвинчивают колпак корпуса бомбы и тщательно осматривают внутреннюю поверхность корпуса. Измеряют массу оставшейся проволоки, которая не сгорела при эксперименте. Если на внутренней поверхности бомбы есть налет сажи или остатки разбросанной навески топлива, то измерения считают недействительными и повторяют.

6. Обработка результатов

Теплоту сгорания пробы топлива в бомбе Q в Дж/кг вычисляют по формуле

$$Q = C K[(n_2 + n_1) - (n_1 + \Delta n_1) + \Delta n] - m_1 q / m \quad (6.1)$$

где C – теплоемкость калориметра (см. Приложение 1 и 3), Дж/К,

K – цена деления шкалы термометра (Приложение 4),

n_1, n_2 – показание термометра, соответствующие начальной и конечной температуре главного периода, в делениях,

$\Delta n_1, \Delta n_2$ – поправки термометра на калибр, соответственно для показаний термометра n_1 и n_2 , в делениях,

Δn – поправка к показаниям термометра, учитывающая теплообмен калориметра с окружающей средой (см. формулу (6.2)), в делениях,

m_1 – масса проволоки, взятая для запала, кг

q – удельная теплота сгорания проволоки (q меди=2,51 МДж/кг),

m – масса навески топлива, кг.

Поправку Δn вычисляют по формуле

$$\Delta n = \frac{v_1 + v_2}{2} \cdot z_1 + v_2 \cdot z_2 \quad (6.2)$$

где v_1, v_2 – средняя скорость изменения показаний термометра за полуминутный промежуток в начальном и конечном периоде, соответственно, (в делениях шкалы термометра),

z_1 – число полуминутных промежутков главного периода с быстрым увеличением температуры (0,3 К и более за 0,5 минут, для топлив с низкой удельной теплотой сгорания – 0,1 К и более 0,5 мин), к числу z_1 всегда относят первый промежуток главного периода;

z_2 – число полуминутных промежутков главного периода, не отнесенных к числу z_1 (если общее число полуминутных промежутков главного периода составляет z , то $z_2 = z - z_1$).

Для топлив с низкой удельной теплотой сгорания число z_1 определяется с помощью таблицы 1, в которой $a = \frac{n_a - n_1}{n_2 - n_1}$; n_1, n_2 – показания термометра, соответствующие начальной и конечной

температуре главного периода, n_a – показания термометра, соответствующие температуре по истечении двух минут главного периода (в делениях)

Таблица 1

Зависимость числа z_1 от критерия a

Критерий a	Число z_1
до 0,50	9
0,5 – 0,64	8
0,64 – 0,74	7
0,73 – 0,82	6
0,82 – 0,91	5
0,91 – 0,95	4
свыше 0,95	3

7. Вопросы для самостоятельной подготовки

7.1. Что называется теплотворной способностью топлива?

7.2. Что такое теплоёмкость вещества, удельная теплоёмкость?

7.3. Расскажите об устройстве и принципе работы калориметра.

7.4. Как устроен термометр Бекмана?

7.5. По каким причинам температура воды в калориметрическом сосуде меняется в начальном, главном и конечном периодах?

7.6. Как рассчитать теплотворную способность топлива?

7.7. Для чего в расчетную формулу вводятся поправки $\Delta n_1, \Delta n_2$ и k ? Что учитывает поправка Δn ?

7.8. Рассказать о технике безопасности при работе с кислородом.

Приложение 1

Цена деления шкалы термометра Бекмана

Область измеряемой температуры	Средняя температура выступающего столбика, °С	Значение деления шкалы
0 - 5	15	0,990
10 - 15	17	0,995
20 - 25	20	0,999
30 - 35	22	1,003
40 - 45	24	1,007

Поправки на калибр

Деление шкалы	Поправки Δn_i	Деление шкалы	Поправки Δn_i
0	0	3,0	-0,011
1,0	-0,007	4,0	0
2,0	-0,011	5,0	0

МЕТАСТАТИЧЕСКИЙ ТЕРМОМЕТР БЕКМАНА

Для измерения малых разностей температур применяются термометры переменного наполнения – метастатические. Этими термометрами производится определение разностей между температурами замерзания или кипения вещества и растворителя при определении молекулярного веса методом криоскопии и эбуллиоскопии. Кроме того, метастатические термометры могут применяться при различных калориметрических измерениях. Термометры дают возможность измерять разности температур не свыше 5 – 6 градусов в температурном интервале от 20 до 150⁰С.

Для изменения количества ртути в основном резервуаре служит сифонообразный запасной резервуар, припаянный к верхнему концу капилляра, имеющему вид петли. Термометр метастатический имеет две шкалы: основную – для определения разностей температур и вспомогательную – для предварительного определения нижнего предела измерения при переливании ртути из основного резервуара в запасной. Вспомогательная шкала располагается у запасного верхнего резервуара. Основная шкала имеет 500-600 делений, приблизительно по 0,01⁰С. Изменение пределов шкалы достигается отливкой ртути в сифонообразный запасной резервуар при её избытке и добавлением из запасного резервуара при недостатке её в капилляре.

Наполнение метастатических термометров для заданного температурного интервала производится следующим образом. Термометр погружают в температурную ванну, где поддерживается температура, отвечающая нижнему пределу заданного интервала температур, а затем начинают прибавлять или убавлять ртуть в основном резервуаре до тех пор, пока ртутный мениск установится вблизи нулевой отметки основной шкалы.

ПРИМЕЧАНИЕ. В случае отсутствия термостата нижний предел измерения устанавливается по вспомогательной шкале путём переливания ртути из основного резервуара в запасной. Отсчёт по вспомогательной шкале производится при вертикальном положении термометра основным резервуаром вверх. Отклонения положения мениска от нулевой отметки не должны превышать 0,25⁰С.

Переливание ртути производится следующим образом:

- при недостаточном количестве ртути в основном резервуаре термометр нагревают на столько, чтобы ртуть поступила в запасной резервуар, после чего нагревание прекращается и перевёртыванием термометра соединяется ртуть, расширившаяся в капилляре, с ртутью, находившейся в запасном резервуаре. При охлаждении благодаря сцеплению частиц ртути общая масса ртути уходит из запасного резервуара в капилляр. Когда перетечёт достаточное количество ртути, термометр следует взять за середину и путём осторожного постукивания об руку вызвать разрыв ртути в месте перехода капиллярной трубки в запасной резервуар;
- если весь запасной резервуар или большая часть его наполнена ртутью, нагревать термометр не рекомендуется. Его надо перевернуть основным резервуаром вверх и лёгким постукиванием заставить ртуть перетекать из основного резервуара в запасной. После того, как ртуть основного резервуара соединится с ртутью, находящейся в запасном резервуаре, термометр надо снова перевернуть и ртуть потечёт обратно из запасного резервуара в основной;
- если мениск ртути установился несколько ниже нулевой отметки, можно, встряхивая термометр при наклоне его запасным резервуаром вниз, вогнать несколько капель ртути в верхнюю часть капилляра и затем, подогревая термометр, соединить эти капельки с ртутью, находящейся в основном резервуаре;
- в случае излишка ртути в основном резервуаре термометр следует подогреть так, чтобы ртуть вошла в запасной резервуар и затем, постукивая об руку, вызвать отделение капелек ртути от общей массы. Переливание ртути в запасной резервуар и из него можно осуществить и без подогревания ртути путём лёгкого постукивания термометра, перевёрнутого основным резервуаром вверх.

После подгонки наполнения резервуара для удаления оставшихся в нём пузырьков газа или воздуха термометр в вертикальном положении сначала нагревают так, чтобы ртуть вступила в запасной резервуар, а затем медленно, без встряхивания, охлаждают.

Отсчёты должны производиться по двум крайним точкам, взятым по основной шкале. При этом учитываются приведённые в удостоверении поправки на калибр. Затем для определения разности температур учитывается значение деления в ⁰С для данного интервала температур, приведённое в удостоверении.