

ÉGHETŐ MINTA MÉRÉSE BOMBAKALORIMÉTERREL

Bevezetés

Az éghető anyagok (beleértve az élelmiszereket és a tüzelőanyagokat is) *energiaértéke* fontos fizikai kémiai paraméter. Ez az energiaérték megjelenik az égéshő és fűtőérték adatokban, amelyekkel a különböző típusú energiahordozókat minősítünk. Az egyes anyagok égéshőjének ismerete a szakemberek számára fontos adat a műszaki és gazdasági tervezés folyamataiban.

Az utóbbi években, a környezetkímélő energiagazdálkodás alapanyagféleségei bővültek, a tüzelőanyagként elfogadott biomasszával. Az energiatermelésre felhasznált biomassza vagy biotüzelőanyag mennyisége évenként növekszik. A különböző alapú biomassza féleségek és ezek növekvő mennyiségű felhasználása miatt, az égéshőt és fűtőértéket meghatározó mérési lehetőségek iránt megnőtt az érdeklődés és fokozódott a mérési igény.

A tüzelőanyagok égéshő értékét csökkentő tényező a tüzelőanyag nedvességtartalma. A gyakorlatok során, ismert, különböző nedvességtartalmú minták vizsgálatára kerül. A minta nedvességtartalmának elpárologtatására fordított energia veszteség, amelynek mérhető megnyilvánulása a kisebb égéshő.

Az égéshő és fűtőérték meghatározása laboratóriumban, szabványos körülmények között, speciális módszerekkel különböző készülékek alkalmazásával történik. Hallgatói laboratóriumunkban rendelkezésre állnak azok a készülékek (aprító készülék, analitikai mérleg, szárítószekrény, nagy nyomású bombakaloriméter), amelyek alkalmazásával a szükséges mérések elvégezhetőek.

Köszönetünket fejezzük ki a PanonPower Zrt Minősítő laboratóriumának vezetőjének és munkatársainak a szakmai segítségért.

Tartalomjegyzék

Bevezetés	1
Tartalomjegyzék.....	2
Definíciók	3
Az égéshő vizsgálati módszer elmélete, termodinamikai háttére.....	5
Az entalpia változás(ΔH) számítása.....	6
Különbség ΔU és ΔH között.....	6
A kaloriméter viselkedése nemadiabatikus.....	7
Laboratóriumi munkafolyamatok, amelyet az égéshő vizsgálatához el kell végezni.....	8
Éghető - minta nedvességtartalmának meghatározása:	9
A minta előkészítése	10
Éghető minta égéshőjének meghatározása	10
Biztonságtechnikai előírások.....	11
Égéshő meghatározása	11
Mintavétel és mérés	11
Szükséges eszközök:	12
A vizsgálat előkészítése, a készülék hőkapacitásának meghatározása	14
A vizsgálat végrehajtása	17
Az eredmények számítása.....	23
Mérési feladat:	26
Beadandó.....	27

Definíciók

Égéshő: az a hőmennyiség, amely a tüzelőanyag tömegegységének bombakaloriméterben, nagy nyomású oxigén atmoszférában, 25 °C hőmérsékleten való elégetésekor felszabadul. Az égés utáni maradékok:

- a gázhalmazállapotú oxigén, nitrogén, szén-dioxid és kén-dioxid,
- a cseppfolyós halmazállapotú víz
- a szilárd halmazállapotú hamu.

Fűtőérték: az elégetés során a tüzelőanyagból eltávozó nedvesség és a hidrogén elégetéséből keletkező víz párolgási hőjével csökkentett égéshő.

Egy tüzelőanyag fűtőértéke az a hőmennyiség, ami 1 kg tüzelőanyagból kinyerhető olyankor, ha a füstgázzal együtt távozó vízgőz halmazállapotban hagyja el a berendezést. Értékét úgy kapjuk meg, ha az anyag égéshőjéből kivonjuk a gőzként távozó vízmennyiség párolgáshőjét.

A fűtőérték tipikus mértékegységei szilárd anyagoknál kJ/kg, MJ/kg, gáznemű anyagoknál kJ/Nm³.

A fűtőérték használata indokolt a gyakorlati számításokban (tüzelőanyag-igény vagy kazánhatásfok számítása) minden olyan esetben, amikor a távozó víz halmazállapota gőz, vagyis, amikor a füstgáz >100 °C hőmérsékletű. A fűtőérték nem használható az ún. kondenzációs kazánok esetében, ahol a füstgázt 100 °C hőmérséklet alá hűtik. Ekkor a gőz még a kazánban kicsapódik a füstgázból, s így hasznosítható a párolgáshője. A fűtőértéket időnként az angolszász irodalomból tükörfordítással létrehozott "alsó fűtőérték"-ként (Lower Heating Value – LHV) szokás nevezni.

Az égéshő: (régábbi nevén égésmeleg) az a fajlagos hőmennyiség, ami egy kilogramm tüzelőanyagból összesen felszabadul, ha az égéstermékeket a kiindulási hőmérsékletre hűtjük vissza.

Mivel ez a végállapot ipari körülmények között a legritkább esetben valósul meg, a gyakorlatban a fűtőértéket szokás használni. Ugyanakkor, mivel laboratóriumi körülmények között ezt az értéket a legkönnyebb megmérni, a fűtőértéket általában ebből számítják.

Jellemző mértékegysége: kJ/kg

Az égéshő további elnevezése az angolszász irodalomból tükörfordítással átvett felső fűtőérték (Higher Heating Value – HHV).

Mértékegység: Joule (J) és kalória (cal)

1 kalória = 4.184 joule

1 kcal az a hőmennyiség amely 1 atmoszféra nyomáson 1 kg 14,5 °C-os víz hőmérsékletét 15,5 °C-ra növeli

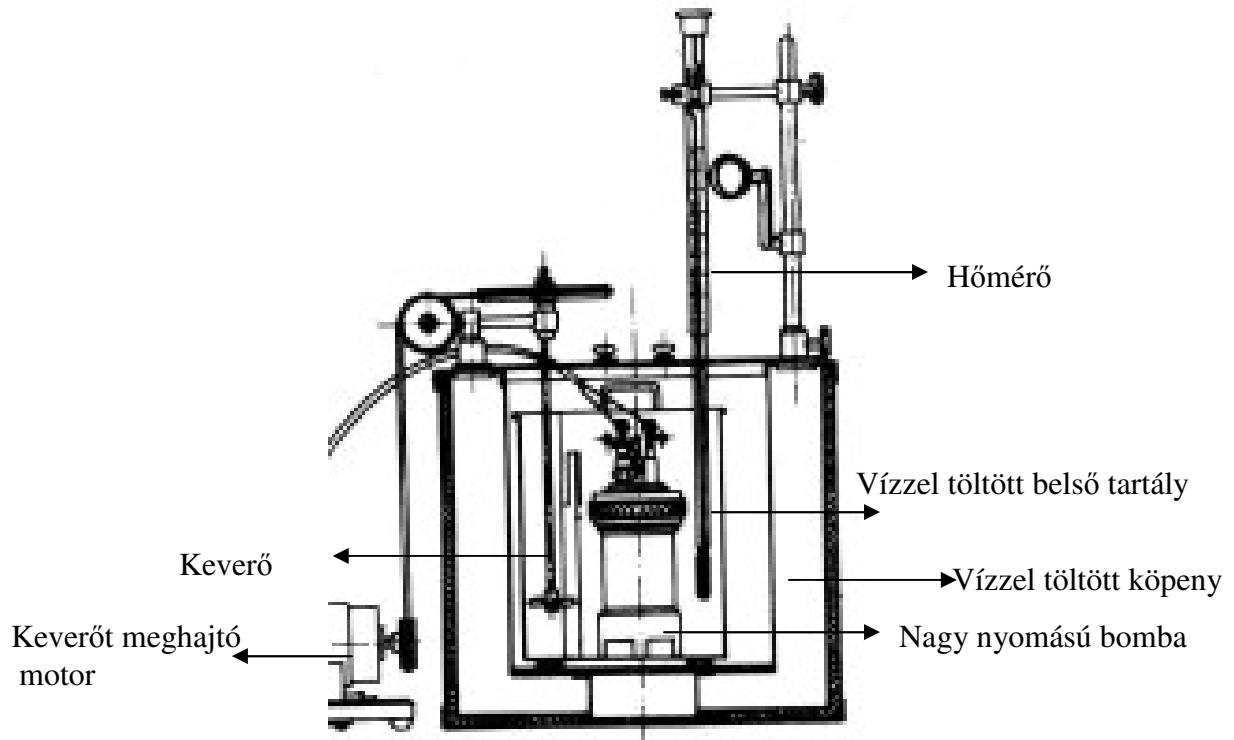
A kaloriméter hőkapacitása: az a hőmennyiség, amely 25 °C hőmérsékleten a kaloriméter 1 °C hőmérséklettel való felemeléséhez szükséges.

Szárazanyag tartalom: A nedves minta nedvességtartalommal csökkentett mennyisége.

Összes nedvességtartalom: A tüzelőanyagból távozó nedvességtartalom, amelyet szárítószekrényben 105 C-on súlyállandóságig történő szárítás során veszít el a minta. A nedvességtartalom megadása %-ban történik.

Az égéshő vizsgálati módszer elmélete, termodinamikai háttére

Az égéshő meghatározását speciális készülékben, az 1. ábrán szemléltetett Berthelot-Mahler kaloriméterben végezzük.



1. ábra A kaloriméter készülék rajza

A vízzel töltött külső köpeny megakadályozza a hőáramlást a kaloriméter és a környezet között:

$$q_{\text{kaloriméter}} = 0$$

A bombatest rozsdamentes acélból készül ezért az égés állandó térfogaton történik így í térfogatnövekedésből nem képződik munka:

$$w_{\text{kaloriméter}} = -\int p \cdot dV = 0$$

A mérés során a kaloriméterre belső energiaváltozása (ΔU) zérus.

$$\begin{aligned}\Delta U_{\text{kaloriméter}} &= q_{\text{kaloriméter}} + w_{\text{kaloriméter}} \\ \Delta U_{\text{kaloriméter}} &= 0\end{aligned}$$

A fenti egyenlet termodinamikai jelentése az, hogy a kaloriméter a környezetétől izolt.

A kaloriméter izolált a környezetétől, a reaktánsok (az éghető minta és az oxigén) képezik a rendszert, a kaloriméter többi része képezi a környezetet.

A reaktánsok belső energia változását a következőképpen számoljuk:

$$dU_{tot} = dU_{rendszer} + dU_{környezet}$$

$$dU_{rendszer} = -dU_{környezet}$$

$$dU_{rendszer} = -\left[\left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V dT + \left(\frac{\partial U}{\partial V} \right)_T dV \right]$$

A térfogat állandó, $dV=0$.

Így a hőkapacitás (C_v) definíciójából következik:

$$dU_{rendszer} = -C_v dT$$

Mivel az állandó térfogaton mért hőkapacitást kis hőmérséklet tartományban függetlennek tekintjük a hőmérséklettől (T), a kifejezést integrálva a következő egyenlethez jutunk:

$$\Delta U = -C_v \Delta T$$

Itt a C_v a környezet hőkapacitása, vagyis a bombáé és a vízé.

Az entalpia változás(ΔH) számítása

Az entalpia definíciójából kiindulva:

$$\Delta H = \Delta U + \Delta(pV)$$

A térfogati munka nagyon kicsi, $\Delta(pV) \approx 0$ a szilád és folyékony fázisokra nézve. A gázokat ideálisnak tekintve:

$$\Delta H = \Delta U + RT \Delta n_{gáz}$$

Különbség ΔU és ΔH között.

$\Delta U=q_v$ a hőáramlás állandó térfogaton, míg $\Delta H=q_p$ a hőáramlás állandó nyomáson. A fő különbség a két állapot között az, hogy pV munka lehetséges állandó nyomáson, de nem

lehetséges állandó térfogaton. Lássuk azt az esetet hogy $\Delta n_{\text{gas}} > 0$ vagyis a rendszer tágul a reakció során. Ugyanakkora energia mennyiség szabadul fel mindkét esetben. De amíg állandó nyomáson az energia egy része munka formájában jelenik meg, így a felszabaduló hő kisebb lesz, mint állandó térfogat esetében. Tehát:

$$-\Delta H < -\Delta U$$

$$\Delta H > \Delta U$$

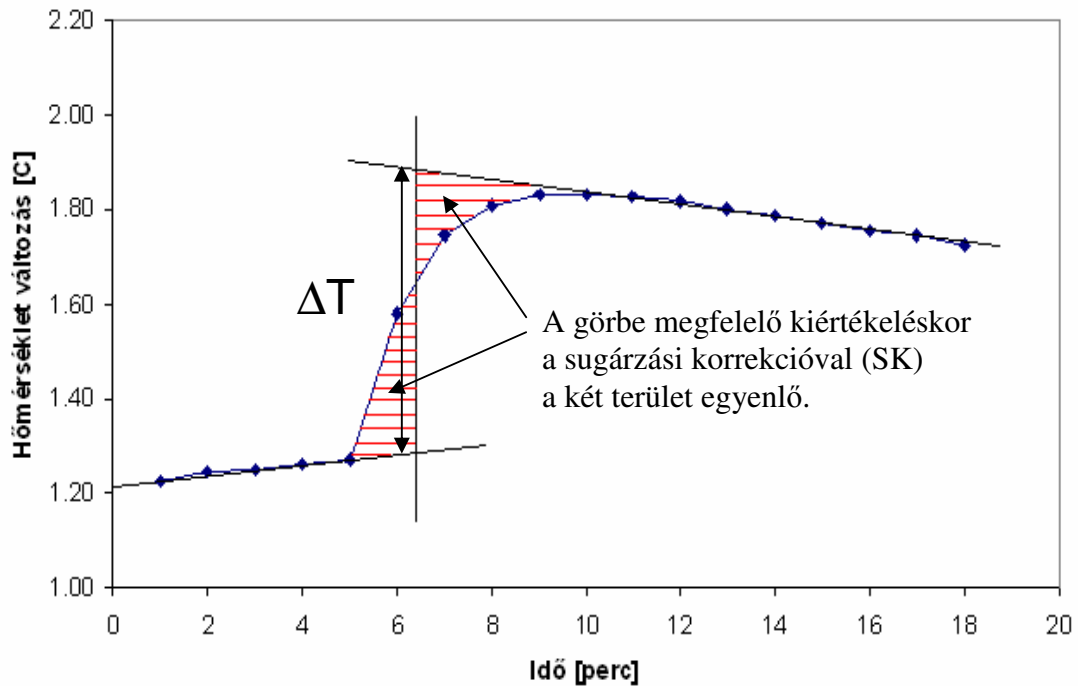
Amennyiben $\Delta n_{\text{gas}} < 0$. *i.e.*, a rendszer zsugorodik reakció közben, vagyis a környezet végez munkát a rendszeren. Így ez a munka áll rendelkezésre az energia kibocsátáshoz a rendszerből a környezet felé. Tehát:

$$-\Delta H > -\Delta U$$

$$\Delta H < \Delta U$$

A kaloriméter viselkedése nemadiabatikus

A mérési pontok kiértékelése miatt, érdemes megállapítani, hogy a bomba kaloriméter többé-kevésbé adiabatikus. A valóságban van egy kis hőszivárgás a köpenyen keresztül ($q_{\text{kaloriméter}} \neq 0$) és a keverő is végez munkát a ($w_{\text{kaloriméter}} \neq 0$). Ezt a nem-adiabatikus viselkedést a sugárzási korrekcióval korigáljuk (SK).



2.ábra Bombakalorimétese vizsgálat hőmérsékletváltozás vs. idő diagramja

Az égést akkor tekinthetjük lejátszódottnak, amikor az ábrán jelzett két terület egyenlővé válik. Jelen esetben ez a $t = 7$ percnél teljesül. Így a $t = 6$ perc után még 1 perccel tovább kell extrapolálni a gyújtás előtti szakasz esetén, és a gyújtás utáni szakasz értékelésénél, a $t = 12$ percen pedig vissza 5 perccel. Matematikailag ez a következő:

$$\Delta T = \left(T_{12} + (-5 \text{ perc}) \frac{T_{18} - T_{12}}{6 \text{ perc}} \right) - \left(T_6 + (1 \text{ perc}) \frac{T_6 - T_0}{6 \text{ perc}} \right)$$

$$\Delta T = T_{12} - T_6 + (-5 \text{ perc}) \frac{T_{18} - T_{12}}{6 \text{ perc}} - (1 \text{ perc}) \frac{T_6 - T_0}{6 \text{ perc}}$$

$$\Delta T = T_{12} - T_6 - \frac{5(T_{18} - T_{12}) + (T_6 - T_0)}{6}$$

$$\Delta T = T_{12} - T_6 - SK$$

Laboratóriumi munkafolyamatok, amelyet az égéshő vizsgálathoz el kell végezni

Laboratóriumi vizsgálatait, a minta megérkezésétől az eredmények megadásáig, az alábbi munkafolyamatábrán lehet látni

Aprítás

**Méret eloszlásszerinti szelektálás
(szitálás)**

Nedvességtartalom meghatározás

Bombakalorimetriás mérése

Eredmények kiszámítása

A vizsgálandó minták, nagyon gondosan előkészített, szennyezéstől mentesek, külön tisztítást nem igényelnek.

Az aprítást követő szitálás után, a 200 meshnél nagyobb szitafrakcióból nedvességet 100-200 mesh szitafrakcióból vett 300 mg-os mennyiséget alkalmazunk égéshő meghatározásra.

Éghető - minta nedvességtartalmának meghatározása:

A nedvességtartalom meghatározása egyszerűsített eljárással:

Ez az eljárás a szilárd biotüzelőanyag minták teljes nedvességtartalmának meghatározására szolgál, szárítószekrényes eljárás.

Az eljárás alapelve, hogy a mintát 105 C-on levegő közegben szárítjuk, amíg az állandósult tömegét el nem éri. A nedvességtartalmat a tömegvesztés százalékában adják meg.

A minta nedvességtartalma a környezet hőmérsékletétől, a levegő nedvességtartalmától és a minta szemcsenagyságától függően is változhat.

Az eljárás eszközei:

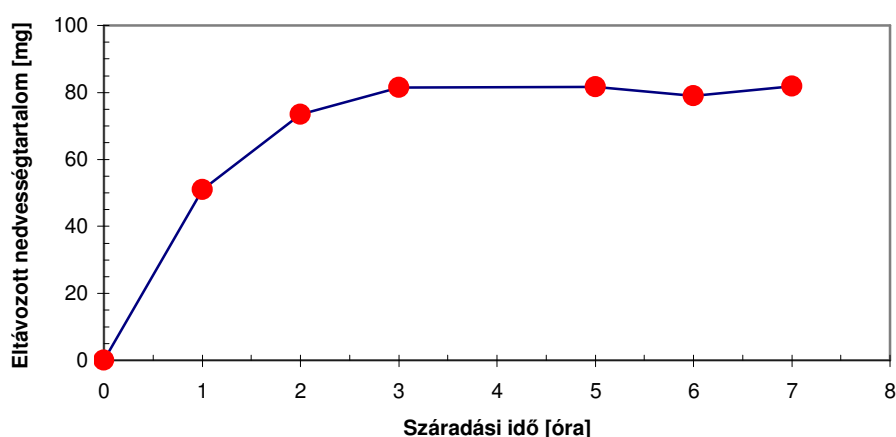
- Szárítószekrény, 105 \pm 2 C tartományban szabályozható hőmérsékletű, a légtér óránként 3-5 alkalommal cserélődik. A légsebességet úgy kell megválasztani, hogy a minta részecskéi ne távozzanak a szárítótálcáról.
- Megfelelő szárító edények, nem korrodálódó, hőálló anyagból, pl. fémtálcák, üveg- vagy porcelánedények.

- Analitikai mérleg a minta és szárítótálca tömegének 0,1 %- t kitevő pontossággal

A minta előkészítése

1. Minta nedvességtartalmának meghatározása:
2. Az aprított minták azonosító számát feljegyezzük.
3. Kiválasztunk a mintáknak megfelelő számú hőálló edényt.
4. Egyenként lemérjük a hőálló edények tömegét és a jegyzőkönyvben feljegyezzük
5. Az egyes mintákból kimérünk megközelítőleg 10-10 grammot a hőálló edényekbe.
6. A tömeg értékeket 4 tizedes-jegy pontossággal, melyeken feltüntettem az egyes minták azonosító ill. sorszámát.

A hőálló edényeket a bennük lévő aprított mintával behelyezzük a 105 fokos szárítószekrénybe. A szárítás megkezdésének idejét feljegyezzük. A szárítás megkezdését követő fél óra múlva a minták tömegét megmérjük és feljegyezzük. A szárítást addig végezzük, míg a két utolsó mérés eredményeinek összevetésével a tömegállandóságot megállapíthatjuk. A mérés végeztével diagrammon ábrázoljuk a minta száradási görbét (3. ábra) és kiszámítjuk a minta százalékos nedvességtartalmát.



3. ábra A minta száradási diagramja

Éghető minta égéshőjének meghatározása

Biztonságtechnikai előírások

A kaloriméter bombákat, a manométert és az összes csöveket nyomáspróba után, illetőleg elszennyeződésük esetén, továbbá új kaloriméter bomba használatba vétel előtt gondosan ki kell tisztítani.

A kaloriméter bombát, a manométert és az összekötő csöveket minden 1000 mérés után, de legalább évente egyszer, továbbá minden javítás után nyomáspróbának kell alávetni az illetékes ellenőrző szerveknél.

Ellenőrizni kell a bomba menetek állapotát.

Tilos a bomba csatlakozó részeinek olajjal vagy zsírral való kenése, továbbá tilos gumi vagy más, éghető tömítés alkalmazása az összekötő csövekben. Ugyancsak tilos a vizsgálat alatt a kaloriméter fölé hajolni.

A sűrített oxigénnel végzett munkáknál be kell tartani az érvényben levő biztonságtechnikai utasításokat és előírásokat.

Égéshő meghatározása

Az égéshő meghatározáshoz ismert, pontosan bemért tömegű anyagot bombakaloriméterben, sűrített oxigén atmoszférában (állandó térfogaton) izotermikus vagy adiabatikus feltételek között tökéletesen elégetünk. Az égés során keletkezett hőmennyiséget a kaloriméter edényben levő víz felveszi, hőmérséklete megemelkedik. Ezt a hőmérsékletnövekedést mérjük. Az égéshő pontos kiszámításához korrekciót kell alkalmazni azokra a hőtermelő folyamatokból származó hőmennyiség növelő forrásokra, amelyek nem a minta elégetéséből származnak. Így korrekcióra kerül, a minta elégetése során képződött kénsav és salétromsav vízzel való elegyedési hőmennyisége. Korrekciós számítás során vesszük figyelembe az égéshő méréséhez felhasznált egyéb anyagok, a segédanyagok (pl. huzal, a pamutszál, a papír) elégetéséből képződött hőmennyiséget.

Mintavétel és mérés

Az elemzési mintát gondosan összekeverjük és 0,0002 g pontossággal bemérünk 0,3 - 0,35 g tüzelőanyagot. A vizsgálatra olyan tömegű tüzelőanyagot mérünk be, hogy mérés során a kaloriméter edényben lévő víz hőmérséklete 1,5-2 °C hőmérséklettel emelkedjék. A mintát a kaloriméter tégelyébe mérjük, amelyet azután az egyik elektródához kapcsolódó tartógyűrűbe helyezünk. Az elektródákat gyújtóhuzallal kötjük össze. A kaloriméter bombába 10 cm³ desztillált vizet töltünk, majd a bomba fedelét szorosan lezárjuk.

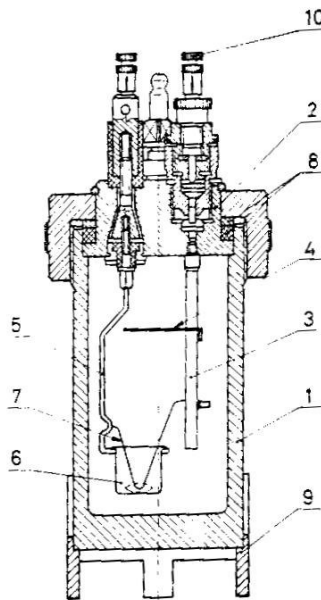
Tilos a bomba csatlakozó részeinek olajjal vagy zsírral való kenése, továbbá tilos gumi vagy más, éghető tömítés alkalmazása az összekötő csövekben. Ugyancsak tilos a vizsgálat alatt a kaloriméter fölé hajolni.

A sűrített oxigénnel végzett munkáknál be kell tartani az érvényben levő biztonságtechnikai utasításokat és előírásokat.

Szükséges eszközök:

1. A kaloriméter bomba

Nagynyomású bomba (ld 2.ábra)



2. ábra 1. kaloriméter bomba test, 2. Bomba fedél, 3. Oxigén bevezetőcső, 4. Lángterelő lap, 5. Elektród, 6. Égető tégely, 7. Gyújtóhuzal, 8. Gumi és fémgűrű tömítés, 9. Négylábú bombatartó, 10. Villamos gyújtás szigetelt csatlakozói)

A bomba saválló acélból készül, térfogata $250-350 \text{ cm}^3$, legnagyobb tömege $3,25 \text{ kg}$, falvastagsága nem lehet kevesebb, mint a bomba belső átmérőjének $1/10$ -e. A bomba fedele polírozott, a zárószerkezete a bomba belseje felé fémgyűrűvel tömített. A fedél, egy a testtől elektromosan elszigetelt és egy el nem szigetelt elektródával, továbbá az oxigén beeresztésére és a gázok kieresztésére szolgáló szelepekkel van ellátva.

A beeresztő szelepet úgy van kialakítva, hogy az oxigénáram ne irányuljon a mintára. A bomba belső részei ellenállók a tüzelőanyag elégetésekor keletkező agresszív termékekkel szemben.

2. A rozsdamentes fémből készült kaloriméter edény. Az edény és a bomba fala között akkora távolság van, hogy a keverés megoldható legyen.

3. Rozsdamentes fémből készült keverő

4. Beckmann hőmérő, olyan $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ skálabeosztással, amely nagyító segítségével lehetővé teszi a $0,002 \text{ }^\circ\text{C}$ pontosságú hőmérséklet leolvasást.

5. Nagyító

6. Jól záró kaloriméter köpeny. Ez a környezettel való hőcsere megnehezítése érdekében vízzel töltött, kettősfalú edény, amely kívülről hőszigetelt. A belőle elpárolgott vizet időnként pótolni kell.

7. Sűrített oxigén gáz acélpalackban. Az gázpalack megfelelő reduktorral, nagy nyomást bíró csővezetékekkel, és a bombához csatlakozó elemmel van ellátva. Vigyáznunk kell arra, hogy az elégetéshez használt oxigén éghető elegyrészeket, így pl. hidrogént, ne tartalmazzon. Ezért elektrolitikus úton készült oxigént használni nem szabad.

8. Kaloriméter tégely saválló acélból.

9. Ismert égéshőjű cigaretta papír.

10. Ismert égéshőjű gyújtóhuzal. Gyújtásnál a gyújtógomb lenyomására áram halad át ezen a dróton felizzítva azt és ezzel beindítva az égést.

11. Ismert égéshőjű pamutszál.

12. Áramforrás és transzformátor.

13. Stopper

14. Titráló lombik.

15 Bűretta.

Vegyszerek és oldatok

Etalon anyagok: a kaloriméter hőkapacitásának meghatározására ismert égéshőjű etalon anyagot használunk, úgymint:

- szacharóz (égéshője: 16,55 MJ/kg)
- benzoésav (égéshője: 26,47 MJ/kg)
- szalicilsav (égéshője: 21,95 MJ/kg)
- borostyánkősav (égéshője: 12,67 MJ/kg)

A kaloriméter mosóvizének elemzésére a következő oldatokat használjuk:

- 0,05 M bárium-hidroxid oldat
- 0,1 M NaOH oldat
- 0,05 M Na₂CO₃ oldat
- 0,1 M HCl oldat
- 0,1%-os metilnarancs oldat
- 1%-os alkoholos fenolftalein oldat

A vizsgálat előkészítése, a készülék hőkapacitásának meghatározása

A kaloriméter hőkapacitásának (ma már nem használatos megnevezése *vízérték*) meghatározása

A meghatározás lényege: ismert égéshőjű etalonanyagot sűrített oxigénnel töltött olyan kaloriméter bombában égetünk el, amelyet vízzel telt kaloriméter edénybe helyeztünk. A kaloriméter hőkapacitását az etalonanyag elégésekor keletkező hőmennyiségnek és a kaloriméter edényben lévő víz hőmérsékletváltozásának viszonyából számoljuk ki.

A kaloriméter hőkapacitásának a meghatározására olyan tömegű etalonanyagot mérjük be, hogy a főkísérlet során 1,5-2 °C hőmérsékletemelkedést érjünk el. 10-12 cm hosszú gyújtóhuzallal összekötjük a két elektródot úgy, hogy a gyújtóhuzal közepe a tégelyben fekdjön, erre helyezzük az etalonanyagot, majd a bombát megtöltjük 3 Mpa túlnyomású oxigénnel.

A hőkapacitás meghatározásakor figyelembe kell venni azt a hőmennyiséget is, amely a levegő nitrogénjéből képződő salétromsav reakciója során keletkezik. A képződő salétromsav mennyiséget a mosófolyadékából 0,1 M lúg oldattal való titrálással határozzuk meg fenolftalein indikátor jelenlétében. 1 cm³ titrálásnál elfogyott 0,1 M NaOH 6 J-nak felel meg.

A kaloriméter hőkapacitását (C) J/°C-ban a következő képlettel számítjuk ki:

$$C = (Q * m + c_1 + c_3)/(D_t - K)$$

ahol,

Q az etalonanyag égéshője (J/g)

m₃ az etalonanyag tömege (g)

c₁ a gyújtóhuzal és pamut égéséből adódó hőkorrekció (J)

c₃ a salétromsav képződése során keletkező hő miatti korrekció (J)

D_t a hőmérséklet emelkedése a főkísérlet során (°C), és

$$D_t = t_n - t_0$$





ahol

t_n a főkísérlet véghőmérséklete (°C)

t₀ az előkísérlet véghőmérséklete (°C)

K a kaloriméter és a környező levegő közötti légcsere következtében szükséges korrekció (ld. később)

A vizsgálat végreajtása

Készülék egység	Tevékenység	Mért mennyiség (a valódihoz közeli értékek)
	<p>Tömeg mérés</p> <p>Cigaretta papír</p> <p>A fém gyújtószál</p> <p>Pamutszál</p> <p>Aprított minta bemérés</p>	<p>25 mg</p> <p>10 mg</p> <p>12 mg</p> <p>300 mg</p>
	<p>A cigarettapapír gondos eligazítása a későbbi meggyújtáshoz</p>	
	<p>Hőmérséklet mérés</p> <p>Vizköpeny hőmérséklete</p>	<p>23 C</p>
	<p>A gyújtószál rögzítése az elektródokhoz</p> <p>A pamutszál rögzítése a fém gyújtószálhoz</p> <p>Beszerezésre kész minta, gyújtószállal</p>	





**A bombába 10 ml
térfogatú elnyelető
oldatot mérünk.**

**A bomba felső részét az
alsó részére tesszük, majd
a ráhelyezzük a
hollandianyt is
A csavart szorosra
húzzuk.**

**A bombát ezzel
összeszereltük és a fedél
lefújató csomját
bezárjuk.**



**Az O₂ gázbevezető
csomót kinyitjuk.**

	<p>Az oxigén gázpalack csatlakozó biztonsági csövét a bombához csatlakoztatjuk.</p> <p>Megnyitjuk a palack túszelepét, a reduktor membránszelepevel beállítjuk a kívánt nyomást.</p> <p>Oxigénnel megtöltjük a bombát.</p> <p>Elzárjuk a gázpalackot. A gázvezetékot leszereljük a bombáról.</p>	<p>35 bar</p>
	<p>A belső víztartályba vizet mérünk</p> <p>Az edényt a kaloriméterbe helyezzük.</p>	<p>2670 g 22 C-os</p>



**Az összeszerelt bombát
behelyezzük a
kaloriméterbe.**


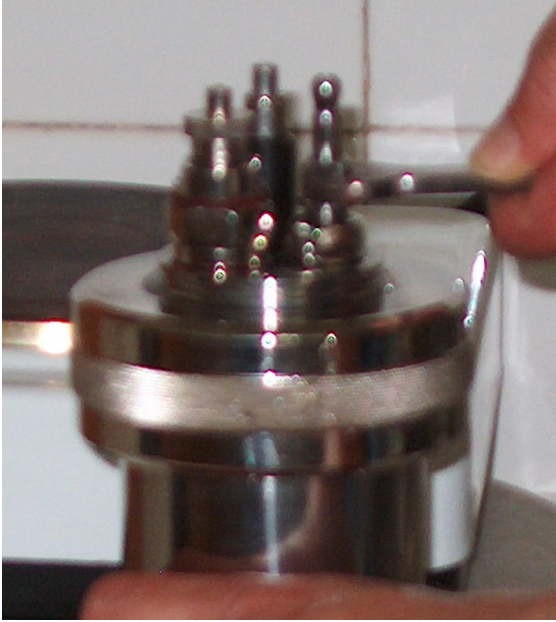



**Csatlakoztatjuk a gyújtó
érintkezőket a bomba
elektródok elektromos
érintkezőihez**

**Becsukjuk a fedővel a
kalorimétert, a hőmérőt a
mérő pozícióba elyezzük.**

**A motor bekapcsolásával
megindítjuk a keverést**

10 percig
kevertetjük
a rendszert

	<p>A mérést megkezdjük</p> <p>Percenként leolvassuk a hőmérőn az aktuális hőmérsékletet.</p> <p>A 6. percben begyűjtjük a bombát.</p> <p>Folytatjuk a percenkénti hőmérsékletleolvasást</p>	<p>A leolvasások részleteit a következő rész tartalmazza</p>
	<p>Leállítjuk a keverőmotort, emeljük ki a bombát a kaloriméterből.</p> <p>Nyissuk ki a gázlefújató csonkot</p> <p>Csavarjuk le a bomba fedelét</p>	
	<p>Szemrevételezzük a keletkezett hamut. Az el nem égett részeket eltávolítjuk és lemérjük.</p>	
<p>Elkülönítjük a további vizsgálatokra az elnyelető oldatot</p>	<p>Az elnyelető folyadékot főzőpohárba öntjük. Átöblítjük a készüléket az oldattal.</p>	<p>100 ml</p>

Hőmérsékletek leolvasása a bombakalorimetriás mérés során

Megindítjuk a keverőt, a hőmérséklet kiegyenlítődése 5-10 percig tart. Ezután percenként feljegyezzük a hőmérő állását. A hőmérsékletet nagyító segítségével olvassuk le 0,002 °C pontossággal.

A kaloriméteres vizsgálat három szakaszra oszlik.

Az előkísérlet a kaloriméter s a környezet hőmérsékletének a kiegyenlítődése szolgál és 5 percig tart. Az előkísérletben percenként egymás után 6 esetben kell leolvasni a hőmérő állását.

A főkísérlet kezdetén a bemért mintát villamos árammal meggyújtjuk és percenként addig olvassuk le hőmérsékletet, amíg változásai nem válnak egyenletessé. Az egyenletes változás elérése előtti utolsó hőmérséklet a főkísérlet utolsó hőmérséklete, ez egyben az utókísérlet első hőmérséklete is.

Az utókísérlet 5 percig tart és a kaloriméter, illetőleg a környezet hőcseréjének megállapítására szolgál a minta elégeése után.

A vizsgálat befejezése után a hőmérőt kivesszük a kaloriméter edényből, az elektródákhoz kapcsolódó vezetékeket lekapcsoljuk, kivesszük a keverőt és a bombát. Óvatosan kinyitjuk a bomba kieresztő szelepét, és lassan kiengedjük a gázokat, majd lecsavarjuk a bomba fedelét. A bombában levő folyadékot főzőpohárba töltjük, majd a bomba belső részét, a tégelyt. Az elektródákat tartalmazó fedél belső részét desztillált vízzel gondosan lemossuk. A gyújtóhuzal megmaradt el nem égett részét megszárazítjuk és lemérjük.

A c_3 és c_4 korrekciót a bombába mért elnyelető oldatból határozzuk meg, amelyet a széndioxid eltávolítása céljából felforralunk, majd fenolftalein indikátor jelenlétében 0,05 M bárium-hidroxid oldattal megtitrálunk. A titrált oldathoz pipettával 20 cm³ 0,05 M nátrium-karbonát oldatot adunk. Az oldatot rövid ideig forraljuk (a csapadékkal együtt) majd közepes pórusú szűrőn szűrjük. A csapadékot forrásban levő desztillált vízzel néhányszor átmoszuk. A szűrletet pedig 0,1 M sósav oldattal metilnarancs indikátor jelenlétében megtitráljuk.

Az eredmények számítása

A tüzelőanyagból készített elemzési minta égéshőjét Q_s J/g-ban a következő képlet segítségével számítjuk ki.:

$$Q_s = (C * (D_t - K) - c) / m$$

ahol

C a kaloriméter hőkapacitása (J/°C)

D_t a hőmérséklet emelkedése a főkísérlet során (°C)

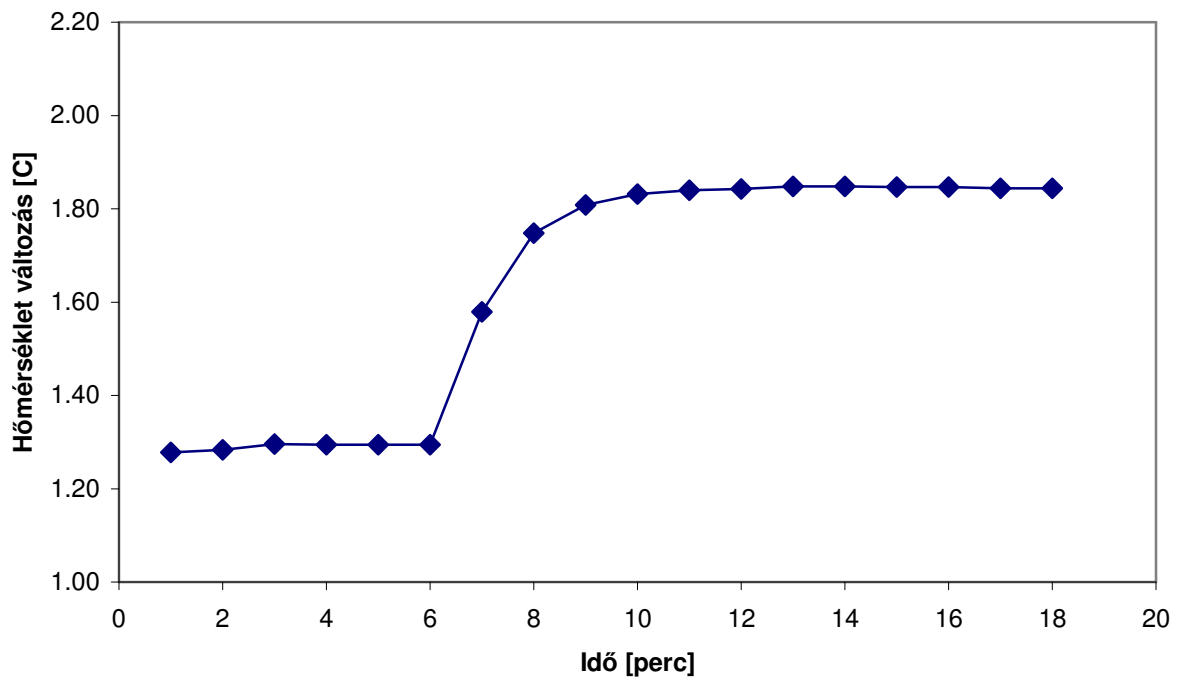
K a kaloriméter és a környező levegő közötti hőcsere következtében szükséges korrekciós tényező (°C)

c egyéb korrekciók összessége (J)

$$c = c_1 + c_2 + c_3 + c_4$$

m a bemért minta tömege (g)

A hőmérsékletváltozás vs idő garfikonban ábrázolt értékeket a 4. ábra szemlélteti



4. ábra Fa minta elégetése során nyer jellegzetes hőmérsékletváltozás vs. idő grafikon

A kaloriméter és a környezet közötti hőcsere miatt szükséges korrekciós tényezőt (K) °C-ban a következő képlettel számítjuk ki:

$$K = 0,5(d_n + d_k) + (n - 1)d_k$$

Ahol:

d_n a hőmérséklet átlagos változása 1 perc alatt az előkísérlet folyamán (°C/min)

d_k a hőmérséklet átlagos változása 1 perc alatt az utókísérlet folyamán (°C/min)

n a főkísérlet időtartama (min)

A gyújtóhuzal elégeése során felszabaduló hő miatti korrekciót (c_1) J-ban a következő képlettel számítjuk ki:

$$c_1 = (m_1 - m_2)q_1$$

ahol

m_1 a gyújtóhuzal teljes tömege (g)

m_2 az el nem égett gyújtóhuzal tömege (g)

q_1 a gyújtóhuzal égéshője (J/g)

A papír elégeése során keletkező hőmennyiség miatti korrekciót (c_2) J-ban a következő képlettel számítjuk:

$$c_2 = m_4 * q_2$$

ahol:

m_4 a papír tömege (g)

q_4 a papír égéshője (J/g)

A salétromsav miatti korrekciót (c_3) J-ban a következő képlettel számítjuk:

$$c_3 = 6,0 * (20 - V_2)$$

A kénsav miatti korrekciót (c_4) J-ban a következő képlettel számítjuk:

$$c_4 = 15,1 * (V_1 + V_2 - 20)$$

a képletekben:

6,0 1 cm³ 0,1 M salétromsav képződési hője (J/cm³)

15,1 1 cm³ 0,05 M kénsav képződési hője (J/cm³)

V₁ a felhasznált 0,05 M bárium-hidroxid oldat mennyisége (cm³)

V₂ a felhasznált 0,1 M sósav mennyisége (cm³)

Mérési feladat:

Éghető anyag égéshőjének meghatározása bombakaloriméterrel

1. Tömeg mérés:

Cigaretta papír

A fém gyújtószál

Pamutszál

**Aprított minta bemérés 300 mg minta bemérése a minta tégelybe, majd
A cigarettapapír gondos eligazítása a későbbi meggyújtáshoz.**

2. Hőmérséklet mérés:

Vizköpeny hőmérsékletének megmérése

A gyújtószál rögzítése az elektródokhoz

A pamutszál rögzítése a fém gyújtószálhoz

A bomba fedele beszerelésre kész (bemért minta és gyújtószálak).

3. Elnyelető oldat bemérése:

A bombába 10 ml térfogatú elnyelető oldatot mérünk.

4. A készülék összeszerelése

A bomba felső részét az alsó részére tesszük, majd a ráhelyezzük a hollandianyát is

A csavart szorosra húzzuk.

A bombát ezzel összeszereltük és a fedél lefűjtató csomját bezárjuk.

5. Az összeszerelt bombát behelyezzük a kaloriméterbe

Csatlakoztatjuk a gyújtó érintkezőket a bomba elektródok elektromos érintkezőihez

Becsukjuk a fedőkkel a kalorimétert, a hőmérőt a mérő helyre áthelyezzük.

6. A motor bekapcsolásával megindítjuk a keverést

7. A mérést megkezdjük

Percenként leolvassuk a hőmérőn az aktuális hőmérsékletet (Előkísérlet).

A 6. percen begyújtjuk a bombát. (Fő kísérlet)

Folytatjuk a percenkénti hőmérséklet leolvasást

**A csúcshőmérséklet elérése után még 5 percig folytatjuk a percenkénti hőmérséklet
leolvasást. (Utókísérlet)**

8. Leállítjuk a keverőmotort, emeljük ki a bombát a kaloriméterből.

**Hagyjuk 15 percig a bombát a munkaasztalon. Ezalatt az idő alatt a keletkezett gázok
elnyelődnek, oldódnak.**

9. Nyissuk ki a gázlefújtó csonkot, fújassuk le a bombát.

10. Csavarjuk le a bomba fedelét

11. Szemrevételezzük a keletkezett hamut. Az el nem égett részeket eltávolítjuk és lemérjük.

12. Az elnyelető folyadékot főzőpohárba öntjük. 50 ml elnyelető oldattal átöblítjük a bombát.

A kiértékeléshez szükséges állandók:

- Vasdrót égéshője, $q=6694 \text{ J/g}$.
- *Modiano* cigarettapapír égéshője $q=13095,92 \text{ J/g}$
- Pamutszál égéshője $q=16317,6 \text{ J/g}$
- Kaloriméter hőkapacitása ($T=25 \text{ C}$) $C=10\ 519$

Beadandó

1./ Mérési adatok táblázatosan összefoglalva

2./ Kiértékelés

Az egyes minták száradási görbéje

Az egyes minták nedvességtartalmának megadása

Az egyes minták bombakalorimetriás kísérleti görbéje

Az egyes minták égéshőinek megadása

Az egyes minták fűtőértékének megadása

3./ Eredmények összefoglalása táblázatosan

Számított átlagértékek és szórások ($\pm\%$)

Nitrát korrekció

Szulfát korrekció