

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 200: 2011**

**ISO 1928:2009**

Xuất bản lần 6

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN – XÁC ĐỊNH GIÁ TRỊ  
TỎA NHIỆT TOÀN PHẦN BẰNG PHƯƠNG PHÁP BOM  
ĐO NHIỆT LƯỢNG VÀ TÍNH GIÁ TRỊ TỎA NHIỆT THỰC**

*Solid mineral fuels – Determination of gross calorific value by the bomb  
calorimetric method and calculation of net calorific value*

**HÀ NỘI - 2011**

## Mục lục

	Trang
1 Phạm vi áp dụng .....	5
2 Tài liệu viện dẫn.....	6
3 Thuật ngữ định nghĩa và các ký hiệu .....	6
4 Nguyên tắc của phương pháp .....	10
5 Hóa chất, thuốc thử.....	11
6 Thiết bị, dụng cụ .....	13
7 Chuẩn bị mẫu thử .....	17
8 Tiến hành đo nhiệt lượng .....	17
9 Hiệu chuẩn .....	23
10 Giá trị toả nhiệt toàn phần .....	29
11 Độ chụm .....	33
12 Tính giá trị toả nhiệt thực .....	34
13 Báo cáo thử nghiệm.....	37
Phụ lục A (quy định) – Bom nhiệt lượng kế đoạn nhiệt .....	38
Phụ lục B (quy định) – Bom nhiệt lượng kế đẳng nhiệt và vô tính nhiệt.....	42
Phụ lục C (quy định) – Bom nhiệt lượng kế tự động .....	48
Phụ lục D (tham khảo) – Danh mục kiểm tra đối với thiết kế các phép thử và quy trình đốt .....	52
Phụ lục E (tham khảo) -- Một số ví dụ về các phép tính sử dụng trong tiêu chuẩn .....	58
Phụ lục F (tham khảo) - Sử dụng an toàn, bảo dưỡng và thử nghiệm bom nhiệt lượng kế .....	57

## **Lời nói đầu**

**TCVN 200:2011** thay thế **TCVN 200:2007**.

**TCVN 200:2011** hoàn toàn tương đương với **ISO 1928:2009**.

**TCVN 200:2011** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia **TCVN/TC27 Nhiên liệu khoáng rắn** biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định giá trị toả nhiệt toàn phần bằng phương pháp bom đo nhiệt lượng và tính giá trị toả nhiệt thực

*Solid mineral fuels – Determination of gross calorific value by the bomb calorimetric method and calculation of net calorific value*

**CẢNH BÁO:** Tuân thủ nghiêm ngặt những điều khoản trong tiêu chuẩn này sẽ đảm bảo phòng chống hiện tượng nổ hoặc xì hơi của bom, với điều kiện là bom được thiết kế và chế tạo chính xác và trong điều kiện cơ giới tốt.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định giá trị toả nhiệt toàn phần của nhiên liệu khoáng rắn ở thể tích không đổi và tại nhiệt độ chuẩn 25 °C trong bom nhiệt lượng kế được hiệu chuẩn bằng cách đốt cháy axit benzoic đã được chứng nhận.

Kết quả thu được bằng phương pháp này là giá trị toả nhiệt toàn phần của mẫu phân tích tại thể tích không đổi, với toàn bộ lượng nước của các sản phẩm cháy được ngưng lại như nước lỏng. Trong thực tế, nhiên liệu được đốt ở áp suất (khí quyển) không đổi, và lượng nước không ngưng được, nhưng lại được thoát ra dưới dạng hơi cùng với các chất khí. Trong những điều kiện trên, nhiệt hữu hiệu của sự cháy là giá trị toả nhiệt thực của nhiên liệu trong điều kiện áp suất không đổi. Giá trị toả nhiệt thực tại thể tích không đổi cũng được sử dụng, tiêu chuẩn đưa ra công thức để tính cả hai giá trị này.

Các nguyên tắc chung và quy trình để hiệu chuẩn và các phép thử nhiên liệu được giới thiệu ở phần nội dung chính của tiêu chuẩn. Những vấn đề liên quan sử dụng loại dụng cụ cụ thể để đo nhiệt lượng được mô tả trong các Phụ lục từ A đến C. Phụ lục D gồm danh mục kiểm tra quy trình hiệu chuẩn và các phép thử nhiên liệu sử dụng các loại nhiệt lượng kế quy định. Phụ lục E đưa ra một số ví dụ minh hoạ cách tính nhiệt năng.

**CHÚ THÍCH:** Các từ khóa: nhiên liệu rắn, than, cốc, các phép thử, phép xác định, giá trị toả nhiệt, công thức tính, phép đo nhiệt lượng.

## TCVN 200:2011

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 4919 (ISO 687), *Cốc – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích chung*

TCVN 8620-2 (ISO 5068-2), *Than nâu và than non – Xác định hàm lượng ẩm – Phần 2: Phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích*

TCVN 8621 (ISO 17247), *Than – Phân tích các nguyên tố chính*

ISO 651, *Solid-stem calorimeter thermometers (Nhiệt kế nhiệt lượng thân cứng)*

ISO 652, *Enclosed-scale calorimeter thermometers (Nhiệt kế nhiệt lượng có thang chia bao quanh)*

ISO 1770, *Solid-stem general purpose thermometers (Nhiệt kế thân cứng sử dụng chung)*

ISO 1771, *Enclosed-scale general purpose thermometers (Nhiệt kế có thang chia bao quanh sử dụng chung)*

ISO 11722, *Solid mineral fuels – Hard coal – Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen (Nhiên liệu khoáng rắn – Than đá – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung trong dòng nitơ khô)*

### 3 Thuật ngữ, định nghĩa và các ký hiệu

#### 3.1 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau.

##### 3.1.1

**Giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi** (gross calorific value at constant volume)

Giá trị năng lượng riêng tuyệt đối của quá trình đốt, đối với đơn vị khối lượng nhiên liệu rắn được đốt cháy với oxy trong bom nhiệt lượng ở các điều kiện quy định.

CHÚ THÍCH 1: Sản phẩm của quá trình đốt cháy thu được bao gồm khí oxy, nitơ, cacbon dioxit, lưu huỳnh dioxit, nước (tương đương trạng thái hơi) bão hoà với cacbon dioxit dưới các điều kiện của phản ứng trong bom và của tro rắn, tại nhiệt độ chuẩn.

CHÚ THÍCH 2: Giá trị toả nhiệt toàn phần được biểu thị bằng các đơn vị Jun.

##### 3.1.2

**Giá trị toả nhiệt toàn phần ở áp suất không đổi** (gross calorific value at constant pressure)

Giá trị năng lượng tuyệt đối của quá trình đốt, đối với đơn vị khối lượng nhiên liệu được đốt cháy với oxy tại áp suất không đổi, thay cho thể tích không đổi trong bom nhiệt lượng

CHÚ THÍCH: Hydro trong nhiên liệu, phản ứng với khí oxy tạo ra nước dạng lỏng, gây sự giảm thể tích của hệ thống. Khi cacbon nhiên liệu phản ứng với khí oxy, một thể tích tương đương của cacbon dioxit dạng khí được tạo thành, do đó không xuất hiện sự thay đổi thể tích trong quá trình đốt cacbon. Cả oxy và nitơ trong nhiên liệu đều làm tăng thể tích.

### 3.1.3

**Giá trị toả nhiệt thực ở thể tích không đổi (net calorific value at constant volume)**

Giá trị năng lượng riêng tuyệt đối của quá trình đốt, đối với đơn vị khối lượng nhiên liệu rắn được đốt cháy với oxy dưới điều kiện thể tích không đổi và toàn bộ nước của các sản phẩm phản ứng tồn tại dưới dạng hơi nước (ở trạng thái giả thuyết 0,1 MPa), các sản phẩm khác cũng như đối với giá trị toả nhiệt toàn phần, tất cả đều tại nhiệt độ chuẩn.

### 3.1.4

**Giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi (net calorific value at constant pressure)**

Giá trị tỷ nhiệt (entanpi) tuyệt đối của quá trình đốt, đối với đơn vị khối lượng nhiên liệu được đốt cháy với oxy tại áp suất không đổi dưới điều kiện mà toàn bộ nước của các sản phẩm phản ứng tồn tại như hơi nước (tại 0,1 MPa), các sản phẩm khác cũng như giá trị toả nhiệt toàn phần, tất cả đều tại nhiệt độ chuẩn.

### 3.1.5

**Nhiệt lượng kế đoạn nhiệt (adiabatic calorimeter)**

Nhiệt lượng kế có nhiệt độ vô thay đổi nhanh

CHÚ THÍCH: Bên trong buồng và vỏ nhiệt lượng kế không có sự thay đổi về năng lượng vì nhiệt độ nước trong cả hai phép thử là như nhau. Nước trong vỏ ngoài được gia nhiệt hoặc làm nguội để phù hợp với sự thay đổi nhiệt độ trong nhiệt lượng kế.

### 3.1.6

**Nhiệt lượng kế đẳng nhiệt (isoperibol calorimeter)**

(loại đẳng nhiệt) nhiệt lượng kế có nhiệt độ vỏ không đổi và đồng đều.

CHÚ THÍCH: Các nhiệt lượng kế này có buồng bên trong được bao quanh bằng vỏ nước, trong đó nhiệt độ được duy trì tại nhiệt độ môi trường. Vỏ ngoài hoạt động như một bộ điều nhiệt và độ dẫn nhiệt của khoảng trống giữa hai buồng được giữ nhỏ nhất.

### 3.1.7

**Nhiệt lượng kế tự động (automated calorimeter)**

Hệ thống nhiệt lượng kế không có chất lỏng, trong đó bình nhiệt lượng kế, bộ khuấy và nước được thay thế bằng khối kim loại và bom đốt này tự cấu thành nhiệt lượng kế.

CHÚ THÍCH: Một cách đặc trưng, các nhiệt lượng kế có nhiệt dung nhỏ, có thể dẫn đến những thay đổi lớn về nhiệt độ, vì vậy sử dụng mẫu có khối lượng nhỏ hơn. Nhiệt lượng kế loại này yêu cầu hiệu chuẩn thường xuyên hơn.

## TCVN 200:2011

### 3.1.8

#### Nhiệt độ chuẩn (reference temperature)

Nhiệt độ chuẩn quốc tế dùng cho phép thử nhiệt hoá bằng 25 °C.

CHÚ THÍCH 1: Xem 8.7.

CHÚ THÍCH 2: Giá trị toả nhiệt của than hoặc cốc ít phụ thuộc vào nhiệt độ, khoảng 1 J/(g.K).

### 3.1.9

#### Nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế (effective heat capacity of the calorimeter)

Lượng năng lượng cần thiết để thay đổi đơn vị nhiệt độ của nhiệt lượng kế.

### 3.1.10

#### Tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh (corrected temperature rise).

Nhiệt độ nhiệt lượng kế thay đổi do quá trình bom đốt.

CHÚ THÍCH: Sự thay đổi nhiệt độ có thể biểu thị theo những đơn vị khác: biến trở platin hoặc nhiệt biến tần suất cộng hưởng của tinh thể thạch anh, v.v., với điều kiện là quan hệ hàm số được xác định giữa số lượng và sự thay đổi về nhiệt độ. Nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế có thể biểu thị theo các đơn vị năng lượng trên một đơn vị khác. Các nguyên tắc về độ tuyến tính và tiệm cận trong các điều kiện giữa hiệu chuẩn và các phép thử nhiên liệu được nêu tại 9.3.

## 3.2 Ký hiệu

$c_{p,eq}$	Nhiệt dung riêng của nước
$c_{p,cr}$	Nhiệt dung riêng của chén nung
$G$	Hằng số tốc độ riêng
$g$	Tốc độ trượt ( $dt/d\tau$ ) trong chu kỳ tăng
$g_f$	Tốc độ trượt trong chu kỳ sau
$g_i$	Tốc độ trượt trong chu kỳ trước
$M$	Hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích
$M_T$	Hàm lượng ẩm toàn phần của nhiên liệu dùng để tính
$m_{ba}$	Khối lượng của axit benzoic
$m_{cr}$	Khối lượng của chén nung
$m_1$	Khối lượng mẫu nhiên liệu
$m_2$	Khối lượng chất trợ cháy
$\rho_{st}$	Công suất khuấy
$Q_{fusc}$	Phần đóng góp từ sự cháy môi cháy
$Q_{ign}$	Phần đóng góp từ sự oxy hoá của dây đốt

$Q_N$	Phần đóng góp từ sự tạo thành axit nitric (từ nước lỏng và khí nitơ và oxy)
$Q_S$	Hiệu chỉnh lưu huỳnh từ axit sulfuric loãng trong bom đến khí lưu huỳnh dioxit.
$q_{p,gr,d}$	Giá trị toả nhiệt toàn phần tại áp suất không đổi của nhiên liệu khô (không ẩm)
$q_{p,net}$	Giá trị toả nhiệt thực tại áp suất không đổi
$q_{p,net,d}$	Giá trị toả nhiệt thực tại áp suất không đổi của nhiên liệu khô (không ẩm)
$q_{p,net,m}$	Giá trị toả nhiệt thực tại áp suất không đổi của nhiên liệu với hàm lượng ẩm $M_T$
$q_{V,ba}$	Giá trị toả nhiệt toàn phần đã được chứng nhận tại thể tích không đổi đối với axit benzoic
$q_{V,gr}$	Giá trị toả nhiệt toàn phần tại thể tích không đổi của nhiên liệu đã phân tích
$q_{V,gr,d}$	Giá trị toả nhiệt toàn phần tại thể tích không đổi của nhiên liệu khô (không ẩm)
$q_{V,gr,m}$	Giá trị toả nhiệt toàn phần tại thể tích không đổi của nhiên liệu với hàm lượng ẩm $M_T$
$q_{V,net,m}$	Giá trị toả nhiệt thực tại thể tích không đổi của nhiên liệu với hàm lượng ẩm $M_T$
$q_{V,2}$	Giá trị toả nhiệt toàn phần tại thể tích không đổi của chất trợ cháy
$t$	Nhiệt độ nhiệt lượng kế
$\Delta t_{ex}$	Hiệu chỉnh mất nhiệt
$t_f$	Nhiệt độ cuối của chu kỳ chính (bằng nhiệt độ chuẩn)
$t_{f+a}$	Nhiệt độ $a$ phút sau khi kết thúc chu kỳ chính
$t_f - t_i$	Sự tăng nhiệt độ quan sát được
$t_i$	Nhiệt độ bắt đầu của chu kỳ chính
$t_j$	Nhiệt độ bộ ổn nhiệt (vô)
$t_j - t$	Chênh nhiệt đầu
$t_{mf}$	Nhiệt độ trung bình của chu kỳ sau
$t_{mi}$	Nhiệt độ trung bình của chu kỳ trước
$t_x$	Nhiệt độ tại thời điểm $\tau_x$
$t_\infty$	Nhiệt độ tiệm cận của nhiệt lượng kế đẳng nhiệt (tại thời điểm "vô hạn")
$w_{H,d}$	Hydro, phần trăm khối lượng của nhiên liệu không ẩm (bao gồm hydro từ nước của sự hydrat hoá khoáng vật cũng như hydro trong than)
$w_{N,d}$	Nitơ, phần trăm khối lượng của nhiên liệu không ẩm
$w_{O,d}$	Oxy, phần trăm khối lượng của nhiên liệu không ẩm
$\epsilon$	Nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế



## TCVN 200:2011

$\hat{\varepsilon}$	Ước số (tương ứng với giá trị "trung bình") của $\varepsilon$ từ đường hồi qui tuyến tính của $\varepsilon$ như một hàm của sự tăng nhiệt độ quan sát được ( $t_r - t_i$ )
$\varepsilon_c$	Nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế dựa trên cơ sở " tổng khối lượng nhiệt lượng kế"
$\varepsilon_n$	Nhiệt dung hữu hiệu trung bình của nhiệt lượng kế dựa trên phép xác định $n$ của $\varepsilon$
$\varepsilon_0$	Nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế theo giả thuyết không có chén thử trong bom
$\varepsilon_{0, n}$	Nhiệt dung hữu hiệu trung bình của nhiệt lượng kế dựa trên phép xác định $n$ của $\varepsilon_0$
$\theta$	Số tăng nhiệt độ hiệu chỉnh
$\tau$	Thời gian
$\Delta_r$	Thời gian của chu kỳ chính
$\tau_r$	Thời gian kết thúc của chu kỳ chính
$\tau_i$	Thời gian bắt đầu của chu kỳ chính
$\tau_x$	Thời gian ngoại suy Dickinson

## 4 Nguyên tắc của phương pháp

### 4.1 Giá trị toả nhiệt toàn phần

Một phần mẫu phân tích nhiên liệu khoáng rắn đã được cân, cho đốt với oxy ở áp suất cao trong bom nhiệt lượng dưới các điều kiện quy định. Nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế được xác định trong phép thử hiệu chuẩn bằng cách đốt axit benzoic dưới điều kiện tương tự đã nêu trong chứng chỉ. Sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh được thiết lập từ các quan sát nhiệt độ trước, trong và sau khi xảy ra phản ứng đốt. Khoảng thời gian và tần suất của việc quan sát nhiệt độ phụ thuộc vào loại nhiệt lượng kế sử dụng. Cho nước vào bom ngay từ đầu để tạo pha hơi nước bão hoà trước khi đốt, theo cách đó cho phép tất cả các lượng nước, hình thành từ hydro và hàm lượng ẩm trong mẫu được coi là nước lỏng.

Giá trị toả nhiệt toàn phần được tính từ sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh và nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế, có tính đến nhiệt phát ra do môi cháy, đốt môi cháy và ảnh hưởng của nhiệt từ phản ứng ngoài như sự tạo thành axit nitric. Hơn nữa, áp dụng hiệu chỉnh cho các tính chênh lệch năng lượng giữa axit sulfuric lỏng hình thành trong phản ứng bom và khí lưu huỳnh dioxit, đó là sản phẩm phản ứng bắt buộc của lưu huỳnh trong nhiên liệu.

### 4.2 Giá trị toả nhiệt thực

Giá trị toả nhiệt thực tại thể tích không đổi và giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi của nhiên liệu thu được bằng cách tính từ giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi đã xác định trong

mẫu phân tích. Việc tính giá trị toả nhiệt thực ở thể tích không đổi yêu cầu phải biết thông tin hàm lượng ẩm và hàm lượng hydro của mẫu phân tích. Theo nguyên tắc, để tính giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi còn phải biết thêm thông tin về hàm lượng oxy và hàm lượng nitơ của mẫu.

## 5 Hóa chất, thuốc thử

**5.1 Bình oxy**, có áp suất đủ cao để nạp vào bom đến 3 MPa, độ tinh khiết phân tích không nhỏ hơn 99,5 % thể tích và không có vật liệu dễ cháy.

CHÚ THÍCH: Oxy được sản xuất bằng quá trình điện phân có thể chứa tới 4 % thể tích hydro.

### 5.2 Môi cháy

**5.2.1 Dây đốt**, được làm bằng niken-crom có đường kính từ 0,16 mm đến 0,20 mm, bằng platin đường kính từ 0,05 mm đến 0,10 mm, hoặc các dây dẫn khác phù hợp có đặc tính nhiệt tốt cho quá trình đốt.

**5.2.2 Môi cháy bằng bông**, loại bông xenlulo trắng hoặc tương đương theo yêu cầu xem trong 8.2.1, đoạn thứ tư.

**5.3 Vật liệu lót chén**, dùng để đỡ đốt cháy hoàn toàn cốc, antracit, than có độ tro cao và các nhiên liệu kém phản ứng khác.

**5.3.1 Hồ**, làm từ ximăng alumosilicat nung chảy lọt qua rây thử nghiệm có kích thước lỗ 63  $\mu\text{m}$  và phù hợp để sử dụng ở nhiệt độ đến 1 400  $^{\circ}\text{C}$ , trộn xi măng với nước.

**5.3.2 Nhôm oxit**, đã nung cháy, chất lượng tinh khiết phân tích, lọt qua rây thử nghiệm có kích thước lỗ 180  $\mu\text{m}$  và còn lại trên rây thử nghiệm có kích thước lỗ 106  $\mu\text{m}$ .

**5.3.3 Sợi silica**, đĩa sợi silica, không có tro.

**5.4 Dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn và các chất chỉ thị**, chỉ dùng khi phân tích dung dịch bom cuối cùng, theo yêu cầu.

**5.4.1 Dung dịch bari hydroxit**,  $c[\text{Ba}(\text{OH})_2] = 0,05 \text{ mol/l}$ , chuẩn bị bằng cách pha loãng 18 g bari hydroxit,  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ , trong khoảng 1 L nước ấm trong bình lớn.

Đậy bình và để yên dung dịch trong hai ngày hoặc cho đến khi bari cacbonat kết tủa hoàn toàn. Gạn hoặc cho qua ống xiphong để có dung dịch trong lọc qua giấy lọc mịn (cháy chậm) vào chai bảo quản được gắn với ống bảo vệ soda-vôi để tránh sự xâm nhập của khí cacbon đioxit. Chuẩn hóa dung dịch theo dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L (5.4.4), sử dụng dung dịch phenolphthalein (5.4.6) làm chất chỉ thị.

**5.4.2 Dung dịch natri cacbonat**,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol/L}$ , chuẩn bị bằng cách hòa tan 5,3 g natri cacbonat khan,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  đã sấy trước trong 30 min ở nhiệt độ từ 260  $^{\circ}\text{C}$  đến 270  $^{\circ}\text{C}$ , nhưng không quá 270  $^{\circ}\text{C}$ , trong nước. Chuyển lượng dung dịch thu được vào bình dung tích 1 L và pha loãng bằng nước đến vạch mức.

## TCVN 200:2011

**5.4.3 Dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ , chuẩn bị từ dung dịch chuẩn độ có nồng độ tiêu chuẩn theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.**

Cách khác, có thể chuẩn bị từ natri hydroxit khan bằng cách hòa tan 4,0 g natri hydroxit, NaOH, trong nước; sau đó chuyển dung dịch thu được vào bình dung tích 1 L và pha loãng bằng nước đến vạch mức

Chuẩn hóa dung dịch thu được theo dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L (5.4.4) sử dụng dung dịch phenolphthalein (5.4.6) làm chất chỉ thị.

**5.4.4 Dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/L}$ , chuẩn bị từ dung dịch chuẩn độ có nồng độ tiêu chuẩn theo chỉ dẫn của nhà sản xuất.**

Cách khác, có thể chuẩn bị bằng cách pha loãng 9 mL axit clohydric ( $\rho = 1,18 \text{ g/mL}$ ) bằng nước đến 1 L. Chuẩn hóa dung dịch thu được theo natri cacbonat khan hoặc theo dung dịch natri cacbonat (5.4.2) sử dụng dung dịch chỉ thị (5.4.5).

**5.4.5 Chỉ thị metyl da cam, đã sàng, dung dịch 1 g/L.**

Hoà tan 0,25 g metyl da cam và 0,15 g xylene cyanole FF trong 50 mL etanol 95 % thể tích và pha loãng bằng nước đến 250 mL.

**5.4.6 Phenolphthalein, dung dịch 10 g/L.**

Hoà tan 2,5 g phenolphthalein trong 250 mL etanol 95 % thể tích hoặc hòa tan 2,5 g muối phenolphthalein tan được trong nước trong 250 mL nước

**5.5 Axit benzoic, chất hóa nhiệt tiêu chuẩn, được cơ quan tiêu chuẩn hoá chứng nhận (hoặc có dẫn xuất chuẩn rõ ràng).**

Axit benzoic là chất nền dùng để hiệu chuẩn oxy bom nhiệt lượng. Đối với mục đích kiểm tra độ tin cậy của các phép đo nhiệt lượng, các chất kiểm tra ví dụ như n-dodecan được sử dụng. Những chất kiểm tra chủ yếu dùng để chứng minh những tính chất cụ thể của mẫu, ví dụ như tốc độ đốt cháy hoặc thành phần hoá học mà không gây độ lệch cho kết quả thử. Các chất kiểm tra phải có độ tinh khiết được công nhận và xác định đúng năng lượng đốt.

Axit benzoic được đốt ở dạng viên. Thông thường axit benzoic được sử dụng không phải sấy khô hoặc qua các xử lý khác; tham khảo xác nhận mẫu. Axit benzoic không hút ẩm từ khí quyển ở hàm lượng ẩm tương đối dưới 90 %, nhưng khuyến cáo là trước khi sử dụng cần bảo quản axit benzoic trong môi trường không ẩm (bình hút ẩm).

Axit benzoic phải được sử dụng đúng theo các điều kiện chứng chỉ quy định, phải xem xét những sai lệch đáng kể so với điều kiện quy định nêu trong chứng chỉ. Năng lượng của sự đốt axit benzoic được xác định thông qua chứng chỉ cho các điều kiện sử dụng, được chấp nhận trong cách tính nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế, xem 9.2.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

### 6.1 Quy định chung

**Nhiệt lượng kế** (xem Hình 1), gồm có cụm bom đốt, bình nhiệt lượng kế (có hoặc không có nắp đậy), bộ khuấy, nước, cảm biến nhiệt độ, và dây dẫn với những đầu nối ở bên trong bình nhiệt lượng kế có thể cần cho sự đốt cháy mẫu hoặc như bộ đo nhiệt độ hoặc những mạch điều khiển. Trong khi đo, nhiệt lượng kế kèm theo trong bộ ổn nhiệt. Theo cách đó, nhiệt độ của bộ ổn nhiệt được kiểm soát, nguyên tắc làm việc của thiết bị được xác định và từ đó có kế hoạch cho sự đánh giá sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh.

Trong các hệ thống khí áp kế (hệ thống không có chất lỏng) bình nhiệt lượng kế, bộ khuấy và nước được thay thế bằng khối kim loại. Bom đốt này tự cấu thành nhiệt lượng kế trong một vài hệ thống khí áp.

Trong các nhiệt lượng kế đốt với mức độ tự động hoá cao, đặc biệt khi đánh giá những kết quả, trong một số ít trường hợp nhiệt lượng kế không được xác định đúng như nhiệt lượng kế kiểu truyền thống, cổ điển. Tuy nhiên sử dụng loại nhiệt lượng kế tự động như vậy, trong phạm vi tiêu chuẩn này và theo những yêu cầu cơ bản cũng đáp ứng những điều kiện hiệu chuẩn, khả năng so sánh giữa hiệu chuẩn và phép thử nhiên liệu, tỷ lệ khối lượng mẫu với thể tích bom, áp suất oxy, chất lỏng bom, nhiệt độ chuẩn của phép đo và độ chính xác của kết quả đo. Bản in một số thông số xác định từ những phép đo riêng là quan trọng. Chi tiết được nêu trong Phụ lục C.

Thiết bị thích hợp để xác định giá trị toả nhiệt phù hợp với tiêu chuẩn này được quy định dưới đây.

### 6.2 Nhiệt lượng kế có bộ ổn nhiệt

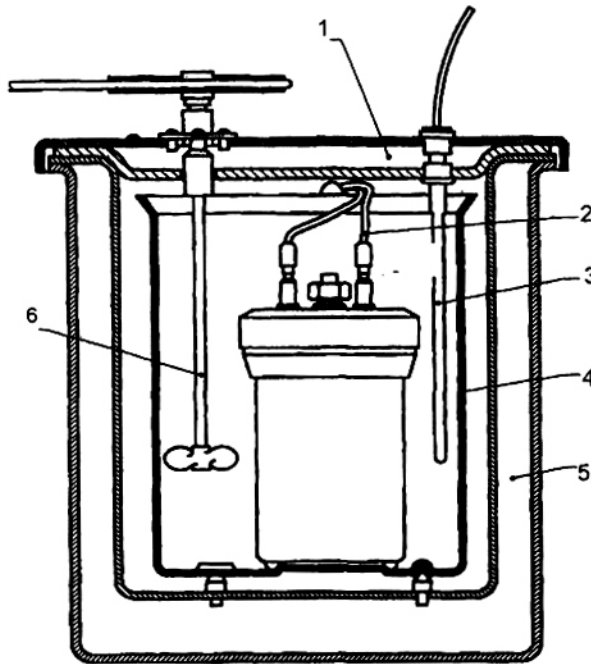
**6.2.1 Bom đốt**, có khả năng chịu áp suất sinh ra trong thời gian đốt một cách an toàn; xem Hình 1.

Thiết kế đảm bảo cho phép thu được toàn bộ những sản phẩm dạng lỏng. Các vật liệu chế tạo bom phải chịu được ăn mòn do axit sinh ra trong quá trình đốt than và cốc. Thể tích bên trong của bom từ 250 mL đến 350 mL là phù hợp.

**CẢNH BÁO:** Các bộ phận của bom phải được kiểm tra định kỳ về vỏ thiết bị và độ ăn mòn, đặc biệt chú ý tình trạng các ren của phần nắp chính. Phải áp dụng các hướng dẫn của nhà sản xuất và các quy chuẩn kỹ thuật về bảo quản an toàn và sử dụng bom. Khi sử dụng nhiều bom có cùng loại thiết kế, sử dụng riêng từng bom như một thiết bị hoàn chỉnh. Khuyến cáo mã hóa theo màu. Việc trao đổi các bộ phận có thể dẫn đến sự cố nghiêm trọng.

**6.2.2 Bình nhiệt lượng kế**, bằng kim loại, được đánh bóng bên ngoài và có khả năng giữ đủ lượng nước phủ mặt trên của bom trong khi nước được khuấy.

Nắp đậy giúp làm giảm sự bay hơi nước của nhiệt lượng kế, nhưng nếu nắp không tiếp xúc với nhiệt tốt với bình, quá trình đốt sẽ bị chậm lại, làm tăng sự trao đổi nhiệt không xác định với bộ ổn nhiệt và kéo dài chu kỳ chính.



CHÚ DẪN

1	Nắp bộ ổn nhiệt	4	Bình nhiệt lượng kế
2	Dây mồi đốt	5	Bộ ổn nhiệt
3	Nhiệt kế	6	Bộ khuấy

Hình 1 – Nhiệt lượng kế bom đốt loại vỏ điện có bộ ổn nhiệt

6.2.3 Bộ khuấy, làm việc ở tốc độ không đổi.

Tay nắm của bộ khuấy có độ dẫn nhiệt thấp, và/hoặc có bộ phận khối lượng nhỏ ở dưới nắp đậy xuyên qua bộ ổn nhiệt để giảm sự truyền nhiệt tới hoặc từ hệ thống. Điều này đặc biệt quan trọng khi tay nắm máy khuấy tiếp xúc trực tiếp với động cơ khuấy. Nếu sử dụng nắp cho bình nhiệt lượng kế thì bộ phận tay nắm ở phía trên nắp.

Tốc độ khuấy nước của nhiệt lượng kế cần đủ lớn để đảm bảo chắc chắn không có các điểm nóng phát sinh do sự thay đổi nhiệt độ nhanh giữa các vùng của nhiệt lượng kế. Tốc độ khuấy của chu kỳ chính có thể phải hạn chế là 10 min hoặc ít hơn; xem Phụ lục A và Phụ lục B.

6.2.4 Bộ ổn nhiệt (túi nước) bao quanh toàn bộ nhiệt lượng kế có khoảng không khí trống giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt, xấp xỉ bằng 10 mm.

Khối lượng nước của bộ ổn nhiệt dùng cho mục đích đẳng nhiệt phải đủ lớn để không bị nhiễu nhiệt từ bên ngoài. Trong suốt thời gian thử nghiệm, nhiệt độ được khống chế trong khoảng  $\pm 0,1$  K hoặc chính xác hơn. Bộ ổn nhiệt ổn định nhiệt độ ("tĩnh") có nhiệt dung đủ lớn để hạn chế

sự thay đổi nhiệt độ của nước. Tiêu chuẩn để thoả mãn yêu cầu của loại túi nước này được nêu trong Phụ lục B.

CHÚ THÍCH 1: Đối với loại vỏ bọc cách nhiệt tinh điện kim loại, những đặc tính phù hợp, thông thường được bảo đảm bằng cách làm một vỏ hình khuyên rộng có khả năng chứa ít nhất 12,5 L nước.

CHÚ THÍCH 2: Nhiệt lượng kế được bọc bằng vật liệu cách nhiệt, tạo ra hàng rào nhiệt được coi là những nhiệt lượng kế túi nước tinh.

Khi cần bộ ổn nhiệt (túi nước) thì phải đảm bảo nhiệt độ bằng sát với nhiệt độ của nhiệt lượng kế, và cần có khối lượng nhỏ và tốt nhất là có bộ gia nhiệt loại nhúng chìm. Năng lượng được cung cấp với tốc độ vừa đủ để duy trì nhiệt độ của nước trong bộ ổn nhiệt đến khoảng 0,1 K của nhiệt độ nước của nhiệt lượng kế, sau khi đốt. Khi ở trạng thái ổn định ở 25 °C, nhiệt độ dao động trung bình của nhiệt lượng kế sẽ không vượt quá 0,0005 K/min (xem A.3.2).

**6.2.5 Dụng cụ đo nhiệt độ**, có khả năng chỉ thị nhiệt với độ phân giải ít nhất là 0,001 K sao cho có thể xác định được những khoảng nhiệt độ từ 2 K đến 3 K với độ chính xác 0,002 K hoặc chính xác hơn.

Nhiệt độ tuyệt đối chính xác đến 0,1 K tại nhiệt độ chuẩn của phép đo nhiệt lượng. Dụng cụ đo nhiệt độ phải tuyến tính, hoặc chuyển thành tuyến tính, trong tín hiệu của nó đối với các thay đổi nhiệt độ trong khoảng thời gian sử dụng.

Cách khác là dùng nhiệt kế thủy ngân-thủy tinh truyền thống, những cảm biến nhiệt độ thích hợp là những nhiệt kế điện trở platin, nhiệt kế điện trở, nhiệt kế cộng hưởng tinh thể thạch anh v.v..., cùng với cầu điện trở thích hợp, đầu dò, máy đếm tần số, hoặc thiết bị điện tử khác đảm bảo độ chính xác theo yêu cầu. Độ lặp lại tức thời của loại thiết bị này là 0,001 K hoặc tốt hơn. Sự sai lệch không lớn hơn 0,05 K trong thời gian 6 tháng. Đối với những cảm biến tuyến tính phù hợp (trong điều kiện nhiệt độ), sự thay đổi ít có khả năng gây độ lệch trong những phép đo nhiệt lượng hơn là các loại cảm biến không tuyến tính.

Đối với hệ thống đo nhiệt cần chuẩn bị như sau là phù hợp: Nhiệt kế thủy ngân-thủy tinh đáp ứng yêu cầu của phép đo theo ISO 651, ISO 652, ISO 1770 hoặc ISO 1771. Để đọc nhiệt độ với độ chính xác yêu cầu, cần máy đọc có độ phóng đại 5 lần.

Có thể sử dụng máy rung gõ nhẹ lên nhiệt kế để ngăn cột thủy ngân không bị kẹt xem 8.4. Nếu không có sẵn máy rung, phải gõ nhẹ nhiệt kế bằng tay trước khi đọc nhiệt độ.

#### **6.2.6 Mạch đốt**

Cung cấp dòng điện xoay chiều từ 6 V đến 25 V từ máy biến thế hạ thế hoặc từ dòng điện trực tiếp từ pin, cần có đèn báo chỉ dẫn khi đang có điện.

Khi đốt thủ công, núm chuyển đổi đốt là loại lò so, thường là loại mở được, định vị theo cách sao cho không có nguy hiểm ngược lại đối với người thao tác; xem cảnh báo trong 8.4.

## TCVN 200:2011

**6.3 Chén nung, làm bằng silic dioxit, niken- crom, platin, hoặc vật liệu tương đương.**

Đối với than, chén nung phải có đường kính khoảng 25 mm, đáy phẳng không sâu hơn 20 mm.

Chén nung silic dioxit dày khoảng 1,5 mm và chén kim loại dày khoảng 0,5 mm. Đối với cốc, antraxit, than có hàm lượng tro cao và các nhiên liệu ít phản ứng khác có thể sử dụng chén được lót bằng đĩa không tro, đĩa sợi silica. Chén nung niken-crom có khối lượng nhỏ và nông thì chiều dày lá kim loại khoảng 0,25 mm, khuyến khích dùng khi thử loại than có hàm lượng tro cao để giảm các sai lỗi khi than cháy không hết.

Đối với cốc dùng chén nung niken-crom, như mô tả để sử dụng cho than, có thể lót chén bằng đĩa không tro sẵn có, đĩa sợi silica. Khối lượng của đĩa không bao gồm cả khối lượng phần mẫu. Cách khác có thể được lót bằng xi măng alumosilicat nóng chảy (5.3.1). Sau khi sấy ở nhiệt độ từ 50 °C đến 60 °C, xi măng thừa được gạt bỏ và để lại một lớp dày khoảng 1,5 mm. Chén nung sẽ thiêu đốt ở nhiệt độ 1000 °C trong 2 h. Trước khi sử dụng, rải 0,3 g nhôm oxit (5.3.2) lên đáy cốc và nén chặt bằng đầu phẳng của que kim loại.

Đối với mẫu có hàm lượng ẩm cao, cũng như các loại dầu sinh học, đĩa không tro được đặt trên đỉnh của mẫu trong chén. Điều này giúp hấp thụ ẩm và làm dễ cháy, không bị tắt.

Đối với axit benzoic, dùng những chén nung loại chỉ định phù hợp cho than. Nếu xuất hiện những vết bẩn do cacbon cháy không hết; sử dụng chén bạch kim nhỏ hoặc dùng chén niken-crom, ví dụ có chiều dày 0,25 mm, đường kính 15 mm và sâu 7 mm.

## 6.4 Thiết bị phụ trợ đo áp suất

**6.4.1 Thiết bị điều chỉnh áp suất, để kiểm tra việc nạp oxy vào bom.**

**6.4.2 Đồng hồ đo áp suất** (ví dụ từ 0 MPa đến 5 MPa) để chỉ áp suất trong bom, có vạch chia bằng 0,05 MPa.

**6.4.3 Van xả hoặc van giảm áp, vận hành ở 3,5 MPa và được lắp vào ống nạp để đề phòng nạp quá đầy bom.**

**CHÚ Ý:** Thiết bị dùng cho oxy áp suất cao không được có dầu mỡ. Không được thử hoặc hiệu chuẩn đồng hồ áp suất bằng hydrocacbon lỏng.

**6.5 Đồng hồ bấm giây, chỉ rõ phút và giây.**

## 6.6 Cân

**6.6.1 Cân dùng để cân mẫu thử, mỗi đốt, v.v., có vạch chia ít nhất bằng 0,1 mg; 0,01 mg là thích hợp và nên dùng khi khối lượng mẫu yêu cầu bằng 0,5 g hoặc ít hơn; xem 8.2.1.**

**6.6.2 Cân dùng để cân nước của nhiệt lượng kế, chính xác đến 0,5 g (nếu không thì nước có thể phân tán vào trong nhiệt lượng kế theo thể tích với độ chính xác yêu cầu, xem 8.3).**

**6.7 Bộ ổn nhiệt (tuỳ chọn), để cân bằng nước trong nhiệt lượng kế trước mỗi phép thử để xác định trước nhiệt độ với độ chính xác ± 0,3 K.**

## 7 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu than và cốc dùng để xác định giá trị toả nhiệt phải là mẫu phân tích được nghiền để lọt qua rây thử nghiệm có kích thước lỗ bằng 212  $\mu\text{m}$ . Trong một số trường hợp, cỡ hạt lớn nhất 250  $\mu\text{m}$  có thể chấp nhận được đối với loại than biến tính trung bình và thấp.

Mẫu được trộn đều để có hàm lượng ẩm cân bằng với hàm lượng ẩm phòng thí nghiệm. Hàm lượng ẩm cần được xác định trên mẫu đã cân trước đó vài giờ tại thời điểm mẫu được cân để xác định giá trị toả nhiệt, hoặc mẫu được giữ trong hộp kín nhỏ, hiệu dụng, cho đến khi tiến hành phân tích hàm lượng ẩm, để cho phép hiệu chỉnh được thích hợp hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích.

Xác định hàm lượng ẩm của mẫu phân tích theo phương pháp quy định trong TCVN 4919 (ISO 687), ISO 11722 hoặc TCVN 8620-2 (ISO 5068-2).

CHÚ THÍCH. Mẫu than dùng để phép thử nổi và chìm có thể chứa hợp chất halogen, mẫu có thể ảnh hưởng đến phép xác định giá trị toả nhiệt toàn phần do nhiệt của quá trình tạo axit. Cần tiến hành loại bỏ các vết cặn trước khi tiến hành phép xác định.

## 8 Tiến hành đo nhiệt lượng

### 8.1 Quy định chung

Quy trình xác định nhiệt lượng gồm hai phép thử riêng biệt: đốt cháy chất hiệu chuẩn (axit benzoic) và đốt cháy nhiên liệu (than hoặc cốc), cả hai được tiến hành dưới điều kiện quy định. Quy trình đo nhiệt lượng cho cả hai loại phép thử cơ bản là giống nhau. Trong thực tế, để loại bỏ các lỗi hệ thống xảy ra hoàn toàn tương tự, ví dụ sự mất nhiệt không kiểm soát được không được tính đến khi đánh giá sự gia tăng nhiệt độ hiệu chỉnh  $\theta$ .

Phép thử bao gồm việc định lượng phản ứng đốt (oxy áp suất cao trong bom nhiệt lượng) đối với những sản phẩm xác định của sự đốt và đo sự thay đổi nhiệt độ sinh ra do toàn bộ quá trình của bom.

Những phép đo nhiệt độ cần thiết để đánh giá tăng nhiệt độ hiệu chỉnh  $\theta$  được thực hiện trong chu kỳ trước, chính (tương đương "phản ứng") và chu kỳ sau như mô phỏng trên Hình 2. Đối với nhiệt lượng kế loại đoạn nhiệt, theo nguyên tắc, chu kỳ trước và sau, kéo dài tương ứng với yêu cầu xác định nhiệt độ (đốt) đầu và cuối; xem Phụ lục A. Đối với nhiệt lượng kế loại đẳng nhiệt (vô đẳng nhiệt) và vô tĩnh nhiệt, các chu kỳ trước và sau để hình thành tính chất trao đổi nhiệt của nhiệt lượng kế theo yêu cầu, để hiệu chỉnh sự thay đổi nhiệt giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt trong chu kỳ chính của quá trình đốt. Chu kỳ trước và sau phải kéo dài hơn; xem Phụ lục B.

Lực khuấy phải duy trì không đổi suốt thời gian phép thử để tạo tốc độ khuấy cố định. Tốc độ khuấy quá mức làm tăng lực khuấy, gây khó khăn cho việc khuấy đều. Bộ khuấy không chắc chắn sẽ gây thay đổi lực khuấy tức thời.



## TCVN 200:2011

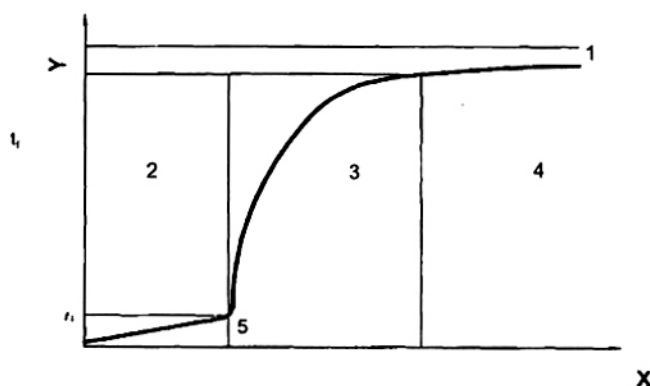
Trong thời gian đốt, đầu bom sẽ nóng hơn các phần khác của bom, do đó cần đủ nước khuấy phía trên, để duy trì gradient nhiệt độ nhỏ, phù hợp trong phần nước của nhiệt lượng kế, trong khi tăng nhiệt độ phần khác nhanh. Đối với hệ thống đo khí áp, thiết kế đặc biệt để xác định khu vực mà các điểm nóng có thể sinh ra, xem Phụ lục C.

Nhiên liệu phản ứng kém có thể để lại cặn có chứa lượng mẫu đáng kể không cháy hết hoặc ở dạng bồ hóng. Bằng cách trộn lẫn những mẫu này với một lượng phụ gia xác định, thì hầu như đạt được sự cháy hết. Những mẫu được cuốn trong vải mỏng hoặc giấy bột gạo cũng làm tăng thêm khả năng cháy, tác động lên cấu hình của mẫu trong chén nung ở thời điểm đốt.

Chất trợ cháy phải ổn định về mặt hoá học, có áp suất hơi thấp và tạo năng lượng cháy tốt, với độ chính xác trong khoảng 0,10 % cho từng loại vật liệu sử dụng. Axit benzoic là hợp chất lý tưởng, mặc dù cho đến nay ví dụ dầu n-dodecan hoặc dầu paraffin là các chất lỏng, dễ phân bố đều. Số lượng mỗi chất sử dụng cần giới hạn tối thiểu để đạt được sự đốt mẫu hoàn toàn. Không được vượt lượng mà cấp một nửa năng lượng toàn phần trong một thí nghiệm. Tỷ lệ tối ưu của mẫu với mỗi chất, phụ thuộc vào tính chất của nhiên liệu và nhu cầu cần xác định bằng thực nghiệm.

Đối với than có hàm lượng tro lớn hơn 35 % thì có khả năng cháy không hoàn toàn và cần cho thêm mỗi chất có khối lượng đã biết, đủ để đảm bảo sự tăng nhiệt độ tương đương với nhiệt độ thu được trong quá trình hiệu chuẩn axit benzoic.

Khi mỗi chất là chất lỏng, có thể làm ướt mẫu đều, nếu cho mỗi chất vào chén nung trước khi cho mẫu nhiên liệu.



### CHỮ DẪN

X	Thời gian	3	Chu kỳ chính
Y	Nhiệt độ	4	Chu kỳ sau
1	Nhiệt độ vó	5	Mỗi cháy
2	Chu kỳ trước		

Hình 2 – Đường cong quan hệ giữa nhiệt độ-thời gian – Nhiệt lượng kế đẳng nhiệt

## 8.2 Chuẩn bị bom cho phép đo

### 8.2.1 Quy trình chung

Cân mẫu trong chén nung, với độ chính xác đến 0,01 % khối lượng mẫu hoặc tốt hơn. Có nghĩa là đối với 1 g mẫu (xem 9.2 và 10.2) cân chính xác đến 0,1 mg. Cân lượng mỗi đốt và/hoặc dây đốt với độ chính xác tương ứng với lượng cân mẫu thử, hoặc giữ khối lượng không thay đổi trong giới hạn quy định đối với tất cả các phép thử; xem 9.4 và 9.6.1.

Buộc chặt các dây đốt giữa các điện cực trong bom. Kiểm tra điện trở dây đốt của bom; phần lớn bom có điện trở không vượt quá 5  $\Omega$  đến 10  $\Omega$ , tiến hành đo giữa các đầu nối bên ngoài đầu bom, hoặc giữa đầu nối điện cực bị cách ly đầu bom.

Buộc hoặc gắn chắc mỗi đốt với dây đốt, đặt chén nung trên giá đỡ và cho mỗi đốt tiếp xúc với mẫu, phải đảm bảo vị trí của chén nung trong bom là đối xứng với thành bom.

Khi dây đốt dẫn điện, có thể chấp nhận áp dụng quy trình khác. Dùng một đoạn dây dài hơn đủ để tạo thành vòng hở nối với các điện cực. Sau khi lắp chén nung, để vòng sát mẫu thử, đối với các mẫu dạng viên, vòng này sẽ tiếp xúc với mẫu thử. (Trong một số trường hợp quá trình đốt được kiểm soát tốt hơn khi dây được giữ ở một khoảng cách nhỏ phía trên mẫu). Cần cẩn thận để ngăn bất kỳ sự tiếp xúc nào giữa dây đốt và chén nung. Trường hợp đặc biệt khi sử dụng chén nung kim loại, vì có thể sinh ra ngắn mạch. Trong điều kiện này mỗi đốt đặc biệt dư thừa. Điện trở dây đốt của bom chỉ tăng một lượng nhỏ.

Đổ thêm nước cất vào bom, ví dụ 1 mL  $\pm$  0,1 mL đối với 1 g mẫu thử; xem 9.2.2. Lắp bom và nạp oxy từ từ đến áp suất 3,0 MPa  $\pm$  0,2 MPa không thay khí ban đầu. Nếu sơ suất nạp oxy vào bom trên mức 3,3 MPa, hủy bỏ phép thử và làm lại từ đầu.

**CẢNH BÁO:** Không được chạm vào bom trong thời gian chiết nạp.

Bom đã sẵn sàng để lắp vào bình nhiệt lượng kế.

### 8.2.2 Sử dụng chất trợ cháy

Sử dụng chén nung khối lượng nhỏ. Cân chất trợ cháy càng chính xác càng tốt, để giúp cho sự cháy tốt. Điều này đặc biệt quan trọng khi dùng dầu hydrocacbon làm năng lượng đốt, vì nhiệt lượng riêng của nó cao hơn năng lượng nhiên liệu đốt một cách đáng kể.

Khi dùng môi cháy là giấy gạo tự tan hoặc chất lỏng, thì cần cân trước khi cân mẫu nhiên liệu. Cân axit benzoic cuối cùng khi dùng để trợ cháy. Trộn vật liệu rắn kể cả chất pha trộn; kiểm tra bằng cân. Làm chặt hỗn hợp bằng cách gõ nhẹ đáy chén lên bàn sạch. Có thể sử dụng que dẹt, nhấn để nén hỗn hợp trộn.

## 8.3 Lắp nhiệt lượng kế

Điều chỉnh nhiệt độ nước của nhiệt lượng kế chính xác đến  $\pm$  0,3 K so với nhiệt độ chọn lúc đầu và đổ nước vào bình nhiệt lượng kế với một lượng theo yêu cầu. Trong tất cả các phép thử lượng

## TCVN 200:2011

nước trong bình nhiệt lượng kế phải như nhau, chính xác đến 0,5 g hoặc chính xác hơn; xem 9.6.1. Phải đảm bảo mặt ngoài khô và sạch trước khi đặt vào bộ điều nhiệt. Lắp bom vào bình nhiệt lượng kế, sau đó đặt bình (chứa lượng nước điều chỉnh đúng) vào trong bộ điều nhiệt.

Cách khác, hệ thống này có thể hoạt động trên cơ sở tổng khối lượng nhiệt lượng kế không đổi; xem 9.6.2. Bom được đặt trong bình nhiệt lượng kế, có thể trước đó được cân cùng với nước. Trong tất cả các phép thử, toàn bộ khối lượng của nhiệt lượng kế, bao gồm bom và nước nhiệt lượng kế, phải như nhau, chính xác đến 0,5 g.

Nhiệt lượng kế đã lắp phải chứa đủ nước để phủ đều lên mặt trên của đầu và nắp bom.

CHÚ THÍCH: Cân nước chính xác đến 0,5 g khi nhiệt dung hữu hiệu bằng 10 kJ/K.

Ngay sau khi phần trên được phủ đầy nước, kiểm tra sự rò rỉ khí của bom. Nếu các van khí không chìm trong nước, kiểm tra rò rỉ bằng giọt nước qua phần tiếp xúc. Nối điện cho mạch đốt và lắp nhiệt kế.

**CẢNH BÁO:** Nếu khí thoát ra khỏi bom, huỷ bỏ phép thử, loại trừ nguyên nhân gây rò rỉ và tiến hành lại. Ngoài việc gây nguy hiểm, sự rò rỉ còn dẫn tới sai lệch kết quả.

Nước làm mát, kiểm soát nhiệt độ, máy khuấy v.v... được vận hành và điều chỉnh như được nêu trong sổ tay thiết bị. Phải đảm bảo chắc chắn rằng bộ khuấy của nhiệt lượng kế làm việc chính xác. Mỗi chu kỳ khoảng 5 min là mức bình thường để nhiệt lượng kế đạt đến trạng thái ổn định trong bộ ổn nhiệt hoặc vỏ bọc, không phụ thuộc kiểu nhiệt lượng kế. Tiêu chí đạt trạng thái ổn định dựa trên nguyên lý làm việc của nhiệt lượng kế; xem Phụ lục A và Phụ lục B.

### 8.4 Phản ứng cháy và đo nhiệt độ

Ngay khi nhiệt lượng kế đạt các điều kiện trạng thái ổn định, bắt đầu đọc nhiệt độ, chính xác đến 0,001 K hoặc chính xác hơn. Các lần đọc thường cách nhau 1 min, đủ để xác định tốc độ thay đổi của chu kỳ trước hoặc kiểm tra việc vận hành đúng chức năng của hệ thống đoạn nhiệt. Khi dùng nhiệt kế thủy ngân để đo nhiệt độ, võ nhẹ nhiệt kế khoảng 10 s, cẩn thận để tránh những lỗi thị sai.

Ở thời điểm cuối của chu kỳ trước, khi nhiệt độ đầu  $t_i$  đã được thiết lập, bắt đầu đốt mồi đốt bằng dây đốt. Giữ công tắc đóng đến khi cháy dây đốt. Thông thường, dòng điện tự động ngắt, khi dây dẫn bắt đầu cháy hoặc chảy từng phần. Ngay sau khi điện trở của mồi đốt của bom được giữ ở giá trị thấp bình thường của nó, năng lượng điện cần thiết để bắt đầu phản ứng là rất nhỏ đến nỗi không cần đo và tính riêng.

**CẢNH BÁO:** Không được để bất kỳ bộ phận nào của cơ thể gần nhiệt lượng kế trong thời gian đốt, hoặc 20 s sau đó.

Tiếp tục đọc nhiệt độ tại các khoảng thời gian 1 min. Thời gian tương ứng với  $t_f$ , đánh dấu sự bắt đầu của chu kỳ chính. Trong thời gian vài phút đầu tiên sau khi mẫu đã cháy, khi nhiệt độ tăng nhanh, đọc chính xác đến 0,02 K là thích hợp. Đọc lại nhiệt độ chính xác đến 0,001 K hoặc chính xác hơn, nhưng không chậm hơn 5 min sau khi bắt đầu chu kỳ chính. Đánh giá thời gian của chu kỳ trước, chính và sau, tổng các lần đọc nhiệt độ yêu cầu được nêu tại Phụ lục A và Phụ lục B.

## 8.5 Phân tích sản phẩm cháy

**8.5.1** Tại thời điểm cuối của chu kỳ sau, khi tất cả số đọc nhiệt độ yêu cầu được hoàn thành, lấy bom ra khỏi nhiệt lượng kế, từ từ giảm áp suất và tháo bom. Kiểm tra phía trong bom, chén nung và các cặn cứng, chú ý dấu hiệu của sự đốt cháy không hết. Huỷ bỏ phép thử nếu mẫu không cháy hoặc nhìn thấy cặn bồ hóng. Lấy ra và đo những mảnh không phản ứng của dây đốt.

CHÚ THÍCH: Các dấu hiệu khác của sự đốt không hết thể hiện qua sự có mặt của khí cacbon monoxit trong bom khí. Sự thoát chậm của khí thông qua đầu dò thích hợp sẽ lộ rõ sự có mặt của khí cacbon monoxit và hiển thị mức nồng độ. Mức 0,1 mL/L của khí cacbon monoxit trong khí đốt từ 300 mL-bom tương ứng với sai số bằng khoảng 10 J.

Làm sạch bom bằng nước cất và đổ vào cốc. Đảm bảo phía dưới đầu bom, điện cực và bên ngoài chén nung cũng được làm sạch.

Trong trường hợp phép thử hiệu chuẩn, pha loãng phần nước rửa đã gom được đến khoảng 50 mL và phân tích axit nitric, ví dụ bằng phương pháp chuẩn độ với dung dịch natri hydroxit (5.4.3) tới pH bằng khoảng 5,5 hoặc bằng cách sử dụng dung dịch metyl da cam (5.4.5) làm chất chỉ thị.

**8.5.2** Khi điều chỉnh lưu huỳnh và/hoặc axit nitric dựa trên cơ sở khối lượng thực hình thành trong bom, thì phân tích phần nước rửa bom theo quy trình mô tả trong 8.5.3 hoặc theo phương pháp tương đương. Nếu biết lượng lưu huỳnh của nhiên liệu và lượng axit nitric điều chỉnh thì có thể bỏ qua việc phân tích chất lỏng cuối trong bom; xem 10.1.

**8.5.3** Pha loãng nước làm sạch bom đến khoảng 100 mL. Đun sôi nước làm sạch để đuổi cacbon dioxit và chuẩn độ bằng dung dịch bari hydroxit (5.4.1), khi dung dịch vẫn nóng sử dụng dung dịch phenolphthalein (5.4.6) làm chất chỉ thị. Cho vào 20,0 mL dung dịch natri cacbonat (5.4.2), lọc dung dịch ấm này và làm sạch kết tủa bằng nước cất. Khi nguội, chuẩn độ phân lọc bằng dung dịch axit clohydric (5.4.4), sử dụng dung dịch methyl da cam (5.4.5) làm chất chỉ thị, bỏ qua sự thay đổi màu của phenolphthalein.

## 8.6 Tăng nhiệt độ hiệu chỉnh

### 8.6.1 Tăng nhiệt độ quan sát được, $t_f - t_i$

Nhiệt độ tại điểm cuối của chu kỳ chính,  $t_f$ , trừ nhiệt độ đầu hoặc nhiệt độ đốt,  $t_i$ ,  $t_f - t_i$  là sự tăng nhiệt độ quan sát được.

### 8.6.2 Nhiệt lượng kế tĩnh nhiệt và đẳng nhiệt

**8.6.2.1** Ngoài sự tăng nhiệt độ gây ra do quá trình đốt trong bom, sự tăng nhiệt độ quan sát được bao gồm nhiệt góp từ sự trao đổi nhiệt giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt và từ năng lượng

## TCVN 200:2011

khuấy. Sự bù trừ cho sự trao đổi nhiệt được tạo ra từ hệ số điều chỉnh sự mất nhiệt  $\Delta t_{ex}$  bao gồm cả năng lượng khuấy, như trong Công thức (1).

$$t_f - t_i = \theta \pm \Delta t_{ex} \quad (1)$$

Do đó sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , tìm được bằng cách xếp sắp lại Công thức (1) thành Công thức (2).

$$\theta = (t_f - t_i) - \Delta t_{ex} \quad (2)$$

Có nhiều cách để đánh giá  $\Delta t_{ex}$ . Quy trình chung nhất được sử dụng là Regnault-Pfaundler và phương pháp ngoại suy Dickinson; xem 8.6.2.2 và 8.6.2.3.

CHÚ THÍCH: Phương pháp Regnault-Plaundler sẽ tự động tính cho các biến số trong mối liên quan giữa nhiệt độ-thời gian đối với những loại mẫu khác nhau và từ đó tăng độ tin cậy của hai phương pháp.

Những hướng dẫn cụ thể để đánh giá giá trị  $\Delta t_{ex}$  và sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , cho nhiệt kế đẳng nhiệt và tính nhiệt được nêu trong Phụ lục B. Công thức tính  $\Delta t_{ex}$  được tổng hợp trong Công thức (3) và (4).

**8.6.2.2 Phương pháp Regnault-Plaundler** (xem B.5.2) theo Công thức (3):

$$\Delta t_{ex} = (\tau_f - \tau_i) \times g_f + \frac{g_f - g_i}{t_{mf} - t_{mi}} \times \left[ n \times t_{mf} - \frac{(t_i + t_f)}{2} - \sum_{k=1}^{n-1} t_k \right] \quad (3)$$

trong đó

$g_f$  là tốc độ trượt trong chu kỳ trước (tốc độ đầu), tính bằng Kenvin trên phút;

$g_i$  là tốc độ trượt trong chu kỳ sau (tốc độ cuối), tính bằng Kenvin trên phút;

$t_{mi}$  là nhiệt độ trung bình của chu kỳ trước, tính bằng độ Celsius;

$t_{mf}$  là nhiệt độ trung bình của chu kỳ sau, tính bằng độ Celsius;

$t_i$  là nhiệt độ bắt đầu của chu kỳ chính (thời gian đốt), tương đương  $t_o$ , tính bằng độ Celsius;

$t_f$  là nhiệt độ cuối của chu kỳ chính, tương đương  $t_n$ , tính bằng độ Celsius. ;

$t_k$  là các số đọc nhiệt độ liên tiếp, trong khoảng thời gian 1 min tiến hành trong chu kỳ chính ( $t_i$  nhiệt độ sau 1 min đầu của chu kỳ chính và  $t_n = t_f$ ), tính bằng độ Celsius. ;

$t_n$  là nhiệt độ ở khoảng thời gian 1 min thứ  $n$ , tính bằng độ Celsius;

$\tau_f$  là thời gian bắt đầu của chu kỳ chính (thời gian đốt), tính bằng min;

$\tau_i$  là thời gian cuối của chu kỳ chính (thời gian đốt), tính bằng min;

$n$  là các số lượng khoảng thời gian 1 min của chu kỳ chính.

Tuỳ theo, nhiệt độ có thể biểu thị theo đơn vị khác; xem 9.6.1.

**8.6.2.3 Phương pháp ngoại suy Dickinson** (xem B.5.3) dựa theo Công thức (4):

$$\Delta t_{ex} = g_t \times (\tau_x - \tau_t) + g_r \times (\tau_t - \tau_x) \quad (4)$$

trong đó

$\tau_x$  là thời gian khi thay đổi nhiệt độ ( $t_x - t_i$ ) bằng 0,6 lần thời gian tăng nhiệt độ quan sát được ( $t_f - t_i$ ), tính bằng min;

$g_t$  và  $g_r$  là tốc độ hạ nhiệt, theo thứ tự tại  $\tau_t$  và  $\tau_x$ . Tính theo phương pháp Regnault-Pfaundler, tính bằng Kenvin trên phút.

### 8.6.3 Nhiệt lượng kế đoạn nhiệt

Trong hệ thống đoạn nhiệt, sự trao đổi nhiệt theo định nghĩa là không đáng kể. Tuy nhiên trên thực tế, thông thường để bù năng lượng khuấy bằng sự thay đổi nhiệt độ trong hệ thống kiểm soát đoạn nhiệt; xem Phụ lục A. Sự gia tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , theo Công thức (5):

$$\theta = t_f - t_i \quad (5)$$

Công suất khuấy được biểu thị bằng sự chênh lệch nhiệt độ không đổi trong suốt quá trình thử nghiệm và được hiệu chỉnh dễ dàng, nhưng có thể kéo dài toàn bộ chu kỳ quan sát nhiệt độ.

Những hướng dẫn cụ thể để xác định giá trị tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , đối với nhiệt lượng kế đoạn nhiệt được nêu trong Phụ lục A.

### 8.6.4 Hiệu chỉnh nhiệt kế

Khi sử dụng nhiệt kế thủy ngân-thủy tinh, việc hiệu chỉnh được chỉ dẫn trong chứng chỉ với nhiệt kế dùng để quan sát nhiệt độ đầu  $t_i$  và nhiệt độ cuối  $t_f$ .

## 8.7 Nhiệt độ chuẩn

Nhiệt độ tại thời điểm cuối của chu kỳ chính, nhiệt độ cuối  $t_f$ , là nhiệt độ chuẩn của một phép thử riêng.

## 9 Hiệu chuẩn

### 9.1 Nguyên tắc

Sự đốt axit benzoic đã được chứng nhận dưới điều kiện quy định đối với khí cacbon đioxit và nước lỏng làm thay đổi nhiệt độ nhiệt lượng kế của một đơn vị dẫn suất trong những đơn vị năng lượng xác định. Nhiệt lượng kế kiểu đốt loại cổ điển trong suốt chu kỳ kéo dài có thể được duy trì không đổi về khối lượng (nhiệt dung), dạng hình học và các bề mặt trao đổi nhiệt. Điều này cho phép thực hiện hiệu chuẩn thiết bị theo từng seri riêng, thiết lập nhiệt dung hữu hiệu, tức là hằng số hiệu chuẩn,  $\varepsilon$ , của nhiệt lượng kế.

## TCVN 200:2011

Hằng số hiệu chuẩn,  $\epsilon$ , không được thay đổi nhiều trong toàn bộ thời gian, có thể có các sửa chữa nhỏ hoặc thay đổi khác trong hệ thống cho chính xác. Có một số thiết bị đo nhiệt lượng tự động, tuy nhiên về mặt vật lý kém chính xác và do vậy yêu cầu hiệu chuẩn thường xuyên, thậm chí hàng ngày đối với một số hệ thống.

Những lỗi mang tính hệ thống có thể xuất hiện, ví dụ sự bay hơi nước của nhiệt lượng kế, từ sự trao đổi nhiệt không kiểm soát được dọc theo đường dẫn và/hoặc những sự không hoàn hảo và sự trễ trong một hệ thống điều khiển nhiệt độ đoạn nhiệt trong chu kỳ phản ứng. Việc huỷ bỏ loại sai lỗi này phụ thuộc phần lớn vào sự giống nhau giữa phép thử hiệu chuẩn và đốt cháy mẫu nhiên liệu với biến đổi thời gian-nhiệt độ và thay đổi toàn phần về nhiệt độ của nhiệt lượng kế. Những sự biến đổi có hệ thống về khối lượng của axit benzoic sử dụng trong phép thử hiệu chuẩn là cách thiết lập những yêu cầu cho "sự tương tự" đối với một hệ thống đo nhiệt lượng cụ thể; xem 9.3.

### 9.2 Chất hiệu chuẩn

#### 9.2.1 Điều kiện chứng nhận phù hợp

Giá trị chứng nhận năng lượng đốt axit benzoic đối với một quá trình, trong đó khối lượng của mẫu tính bằng gam và lượng nước ban đầu lần lượt bằng ba lần thể tích bom tính bằng gam trên lít (3 g/L), áp suất oxy ban đầu bằng 3,0 MPa và nhiệt độ chuẩn là 25 °C. Sản phẩm của quá trình đốt được xác định là khí cacbon dioxit, nước lỏng và một khối lượng tương đương cacbon dioxit hoà tan trong pha lỏng. Các axit nitric hình thành được hiệu chỉnh theo bằng năng lượng đối với quá trình, trong đó axit được phân huỷ tạo thành nước lỏng và khí nitơ và oxy. Khi hiệu chuẩn được thực hiện dưới những điều kiện khác nhau, giá trị của chứng chỉ sẽ được điều chỉnh. Giá trị bằng số để hiệu chỉnh cho những sai lệch này được nêu trong chứng chỉ.

#### 9.2.2 Điều kiện hiệu chuẩn

Những điều kiện hiệu chuẩn xác định toàn bộ những điều kiện của nhiệt lượng kế để cho các phép xác định nhiên liệu tiếp theo. Đối với bom có thể tích ban đầu khoảng 300 mL, thông thường sử dụng 1 g chất hiệu chuẩn và 1 mL nước ban đầu trong bom. Đối với bom có thể tích gần 200 mL, 0,6 g axit benzoic là vừa phải, lượng nước cần giảm tương ứng.

CHÚ THÍCH 1: Những hiệu chỉnh (theo mỗi gam axit benzoic) đối với những thay đổi điều kiện chứng nhận theo chứng nhận của axit benzoic, áp suất ban đầu bằng 5 J/MPa, tỷ số giữa khối lượng của mẫu và thể tích bom là 1,1 J/g/l, tỷ lệ khối lượng nước ban đầu và thể tích bom là 0,8 J/g/l và nhiệt độ chuẩn của phép thử là -1,2 J/K.

CHÚ THÍCH 2: Áp suất ban đầu của oxy và nhiệt độ chuẩn được duy trì trong khoảng 3,0 MPa ± 0,3 MPa và 25 °C ± 2 °C, những điều kiện chứng nhận bị sai lệch do áp suất và/hoặc những thay đổi nhiệt độ nằm trong khoảng ± 3 J/g thì không cần tính đến.

CHÚ THÍCH 3: Nếu sử dụng lượng nước và chất hiệu chuẩn lớn hơn, ví dụ 5 mL/g, thì độ lệch lớn nhất là từ những điều kiện chứng nhận. Đối với bom 300 mL điều này sẽ gây tăng thêm giá trị chứng nhận bằng 11 J/g. Nếu sử dụng 1,0 g axit benzoic và 5,0 mL nước trong bom 200 mL thì giá trị chứng nhận sẽ tăng thêm 20 J/g. Sự thay đổi phần lớn do sự tăng phần khí cacbonic hoà tan trong bom chất lỏng.

CHÚ THÍCH 4: Khi nhiệt dung tổng của nhiệt lượng kế là nhỏ, ví dụ trong các hệ thống đo áp khí, thì cần giảm khối lượng mẫu để giới hạn sự thay đổi nhiệt độ, xem Phụ lục C.

### 9.3 Phạm vi làm việc của nhiệt dung hữu hiệu

Có thể thay đổi ít nhất  $\pm 25\%$  số lượng chất hiệu chuẩn mà không cần có sự thay đổi đáng kể những giá trị nhiệt dung hữu hiệu. Nếu không thì các giới hạn làm việc đối với giá trị không đổi của  $\varepsilon$  sẽ được xác định theo tổng nhiệt độ tăng lên đo được. Tất cả các phép đo tiếp theo về giá trị nhiệt dung sẽ được duy trì trong giới hạn này.

Đồ thị của các giá trị nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , là một hàm số của khối lượng chất hiệu chuẩn đã sử dụng, cho thấy rằng có thể có xu hướng tăng nhiệt dung hữu hiệu đối với một nhiệt lượng kế cụ thể. Trong phép thử này, khối lượng chất hiệu chuẩn cần phải thay đổi từ 0,7 g đến 1,3 g hoặc một lượng tương đương và tối thiểu phải thực hiện tám thí nghiệm, không cần thay lượng nước ban đầu trong bom.

Một cách thuận tiện là kiểm tra hệ thống đã được hiệu chuẩn bằng cách đốt, ví dụ 1,0 g mẫu thì phải sử dụng axit benzoic một lượng chưa biết. Những giá trị trung bình từ ba lần thực hiện tương ứng trên khối lượng 0,7 g và 1,3 g mẫu, được so sánh với giá trị chứng nhận, Thông thường phương pháp này đủ để xác nhận liệu có phải nhiệt dung hữu hiệu là không đổi trong phạm vi nhiệt sinh ra. Nói chung các sai lệch theo chiều hướng có giá trị toả nhiệt "thấp" đối với các mẫu khối lượng lớn tương đương với việc xác nhận được các giá trị  $\varepsilon$  theo chiều cao khi lấy ra từ các mẫu lớn. Sử dụng axit benzoic như một chất thử đặc biệt dùng trong kiểm tra hiệu suất của hệ thống tự động.

Phạm vi quy định đối với một giá trị  $\varepsilon$  đã kiểm tra (xác nhận) phụ thuộc vào sự thay đổi tổng giá trị toả nhiệt của nhiên liệu phân tích. Nhìn chung, xu hướng vừa phải đối với  $\varepsilon$ , ví dụ  $\pm 0,3\%$  đối với sự tăng nhiệt độ quan sát được thay đổi  $\pm 30\%$ , có thể bù bằng nhiệt dung hữu hiệu  $\varepsilon$  như một hàm của  $(t_f - t_i)$  trong phạm vi xác định. Tương tự, nếu sử dụng cảm biến nhiệt không tuyến tính,  $\varepsilon$  có thể như một hàm (tuyến tính) của  $(t_f - t_i)$ , với điều kiện là thiết lập tiêu chuẩn nghiêm ngặt đối với mức  $t_f$  hoặc  $t_i$  cho phép thay đổi bao nhiêu.

Độ lệch  $\varepsilon$  là một giá trị không đổi, như đã giải thích, nguyên nhân do thiết kế của nhiệt lượng kế và/hoặc sai lỗi trong việc kiểm soát nhiệt độ của thiết bị. Đối với cấu tạo đặc biệt, kiểm tra quá trình đặt các điều kiện hiệu chuẩn phải được tiến hành khi thiết bị là mới hoặc đại tu hoặc khi di chuyển đến vị trí khác, và khi có sự thay đổi hệ thống kiểm soát nhiệt độ. Một số hệ thống đoạn nhiệt cần kiểm tra thường xuyên hơn; xem Phụ lục A. Một số nhiệt lượng kế tự động yêu cầu hiệu chuẩn với các quy định bắt buộc về khối lượng mẫu; xem Phụ lục C.



#### 9.4 Các đóng góp phụ

Ngoài năng lượng từ sự đốt cháy axit benzoic, còn có những đóng góp từ mỗi đốt và sự tạo thành axit nitric (từ nitơ "không khí" trong pha khí). Sự đóng góp từ mỗi đốt được lấy từ lượng tham gia vào và năng lượng tương ứng của sự đốt. Bất cứ dây mỗi đốt nào không phản ứng thì phải được tính đến và lấy số lượng ban đầu trừ đi.

Lượng axit nitric tạo thành được xác định trên dung dịch cuối cùng của bom, ví dụ bằng chuẩn độ kiềm axit; xem 8.5.

Trong hầu hết các hệ thống, sự đóng góp từ mỗi đốt có thể được duy trì gần bằng nhau. Trong tất cả các phép thử (nhiên liệu và hiệu chuẩn) và có thể được cho một giá trị không đổi. Đối với một loại bom đã có, lượng axit nitric hình thành trong những phép thử hiệu chuẩn là xấp xỉ tỷ lệ với lượng axit benzoic cháy.

#### 9.5 Quy trình hiệu chuẩn

Đối với hàng loạt các phép hiệu chuẩn bình thường, sẽ thực hiện năm lần cháy axit benzoic đạt yêu cầu. Mẫu được đốt có dạng viên; xem 5.5. Áp dụng Điều 8 về quá trình đo nhiệt lượng. Các khuyến cáo liên quan khối lượng mẫu và lượng nước ban đầu của bom được nêu trong 9.2.2. Sẽ lợi thế nếu sử dụng chén nung khối lượng nhỏ để đốt axit benzoic. Nhiệt độ ban đầu sẽ được chọn như nhiệt độ chuẩn của phép thử (được xác định như là  $t_i$ ; xem 8.7) trong khoảng phạm vi chọn nhiệt độ chuẩn.

Thiết kế phép thử hiệu chuẩn, dưới dạng áp suất oxy, lượng nước bom, nhiệt độ chuẩn, trong những chu kỳ trước, chính và sau v.v... Sẽ xác định quy trình cụ thể cho sự cháy nhiên liệu tiếp theo.

Khi nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , của nhiệt lượng kế có thể không được xem như một hằng số trong phạm vi làm việc yêu cầu nhưng cần biểu thị như một hàm của  $(t_f - t_i)$  (xem 9.3) số lượng các phép thử hiệu chuẩn sẽ tăng đến tám hoặc nhiều hơn. Khối lượng của mẫu cho mỗi thí nghiệm được chọn những giá trị cho sự thay đổi nhiệt độ trong phạm vi dự định làm việc, với một số phép đo lặp lại xung quanh điểm cuối để xác định độ dốc hàm quan hệ  $\varepsilon$  với  $(t_f - t_i)$ .

#### 9.6 Tính nhiệt dung hữu hiệu của từng phép thử

##### 9.6.1 Cơ sở khối lượng nước không đổi của nhiệt lượng kế

Đối với những hệ thống, khi lượng nước trong bình nhiệt lượng kế được duy trì bằng nhau trong tất cả các thí nghiệm,  $\varepsilon$  được tính theo Công thức (6):

$$\varepsilon = \frac{m_{ba} \times q_{V,ba} + Q_{fuse} + Q_{ign} + Q_N}{\theta} \quad (6)$$

trong đó

$m_{ba}$  là khối lượng của axit benzoic (5.5), tính bằng gam;

$q_{v,ba}$  là giá trị toả nhiệt toàn phần đã được chứng nhận ở thể tích không đổi, cho axit benzoic; xem 9.2.1, tính bằng Jun trên gam;

$Q_{luse}$  là phần đóng góp từ sự cháy của mẫu cháy, tính bằng Jun;

$Q_{ign}$  là phần đóng góp từ sự oxy hoá của dây đốt, tính bằng Jun;

$Q_N$  là phần đóng góp từ sự tạo thành axit nitric từ chất lỏng nước và khí nitơ và oxy (xem 9.2.1), tính bằng Jun;

$\theta$  là số tăng nhiệt độ hiệu chỉnh, tính bằng Kenvin hoặc đơn vị khác; xem 3.1.6 và 8.6.

CHÚ THÍCH: Thông thường  $\varepsilon$  được biểu thị bằng Jun trên Kenvin. Khi  $\theta$  biểu thị theo đơn vị khác, thì  $\varepsilon$  sẽ biểu thị theo Jun trên đơn vị thay đổi này, ví dụ Jun trên Ohm.

Phần đóng góp từ sự cháy của mỗi đốt bằng vải là 17 500 J/g và từ dây niken-crom là 6 000 J/g, dây platin chảy ra và mềm ra và không cho phần đóng góp thực.

Trong tất cả các thí nghiệm, khi tổng  $Q_{luse} + Q_{ign}$  gần như bằng nhau, trong khoảng vài Jun, nó có thể được coi là giá trị không đổi. Không khuyến cáo chung cho việc kết hợp  $Q_{luse} + Q_{ign}$  trong giá trị của  $\varepsilon$ , trừ khi giá trị này nhỏ và sự thay đổi  $\theta$  nhỏ hơn  $\pm 20\%$ .

Đối với việc tạo thành axit nitric từ dung dịch nước với khí nitơ và oxy, lượng đóng góp là 60 J/mmol, ví dụ tương đương với 6,0 J/mL của natri hydroxit. [ $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/L}$ ]-sử dụng trong chuẩn độ dung dịch bom; xem 8.5.

### 9.6.2 Cơ sở tổng khối lượng không đổi của nhiệt lượng kế

Khi hệ thống hoạt động mà tổng khối lượng của bình nhiệt lượng kế và thiết bị bom đã lắp và lượng nước luôn luôn giống nhau, lượng nước bên trong có thể thay đổi chút ít, phụ thuộc chủ yếu vào khối lượng chén nung sử dụng. Để thuận tiện, xác định  $\varepsilon_r$  là nhiệt dung hữu hiệu cho nhiệt lượng kế theo giả thuyết không có chén nung trong bom theo Công thức (7):

$$\varepsilon_O = \varepsilon_r + m_{cr} \times c_{p,aq} \quad (7)$$

trong đó

$\varepsilon_r$  là bằng  $\varepsilon$  xác định như trong 9.6.1;

$m_{cr}$  là khối lượng của chén nung dùng cho phép thử hiệu chuẩn (xem chú thích dưới), tính bằng gam;

$c_{p,aq}$  là nhiệt dung riêng của nước, tính bằng Jun trên Kenvin, khi giá trị  $\varepsilon$  là Jun/Kenvin. Ở 25 °C nhiệt dung riêng của nước bằng 4,18 J/(g.K).

Khi tùy ý sử dụng "các đơn vị nhiệt độ", giá trị của  $c_{p,aq}$  phải được điều chỉnh tương ứng. Mối quan hệ giữa kenvin và đơn vị sử dụng chỉ nằm trong khoảng  $\pm 10\%$ .

## TCVN 200:2011

CHÚ THÍCH: Trong Công thức tinh (7) giới hạn thứ hai được tinh theo Công thức (8):

$$m_{cr} \times (C_{p,aq} - C_{p,cr}) + m_{sample} \times (C_{p,aq} - C_{p,sample}) \quad (8)$$

Số hạng thứ hai của Công thức (8) có thể được kết hợp trong  $\varepsilon_i$ , không mất độ chính xác, giá trị sẽ không thay đổi đáng kể giữa hiệu chuẩn và phép thử nhiên liệu. Công thức (8) được rút gọn thành Công thức (9):

$$m_{cr} \times (C_{p,aq} - C_{p,cr}) \quad (9)$$

Trong nhiều trường hợp Công thức (9) có thể rút gọn thành  $m_{cr} \times C_{p,aq}$  cũng như đã nêu trong công thức đối với  $\varepsilon_i$ . Tuy nhiên, khi sử dụng nhiều loại chén, phải tính đến nhiệt dung của chén. Ví dụ như, nếu dùng chén platin 10 g cho phép thử hiệu chuẩn và dùng chén thạch anh 10 g để đốt nhiên liệu, sai số bằng 6 J/K sẽ sinh ra nếu không tính đến  $C_{p,aq}$ , tương ứng với 18 J cho sự tăng nhiệt độ khoảng 3 K. công thức chính xác theo Công thức (10):

$$\varepsilon_0 = \varepsilon_i + m_{cr} \times (C_{p,aq} - C_{p,cr}) \quad (10)$$

Nhiệt dung riêng của platin, thạch anh và thép, theo thứ tự là 0,133 J/(g·K), 0,74 J/(g·K) và 0,45 J/(g·K).

### 9.7 Độ chụm của giá trị trung bình của nhiệt dung hữu hiệu

#### 9.7.1 Giá trị không đổi của $\varepsilon$

Tinh giá trị trung bình số học,  $\varepsilon_n$ , và độ lệch tiêu chuẩn từ các kết quả của các phép thử hiệu chuẩn riêng,  $\varepsilon$  (xem 9.6.1) hoặc  $\varepsilon_i$  (xem 9.6.2). Độ lệch tiêu chuẩn không được vượt quá 0,20 %. Toàn bộ kết quả từ những đợt hiệu chuẩn cụ thể sẽ bao gồm các phép tính, chỉ những phép thử với bằng chứng cháy không hoàn toàn sẽ bị loại bỏ.

Miễn là phù hợp các yêu cầu về độ chụm, giá trị trung bình số học  $\varepsilon_n$  hoặc  $\varepsilon_{0,n}$ , được coi là giá trị nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế.

Nếu không đáp ứng yêu cầu về độ chụm thì xác định nguyên nhân gây ra kết quả không chính xác và tiến hành các phép thử hiệu chuẩn mới.

#### 9.7.2 $\varepsilon$ là hàm số của sự tăng nhiệt độ quan sát được

Khi  $\varepsilon$  không được cho là không đổi, liệt kê các giá trị của  $\varepsilon$  (xem 9.6.1) hoặc  $\varepsilon_0$  (xem 9.6.2), cùng với giá trị tương ứng cho sự tăng nhiệt độ quan sát được ( $t_i - t_j$ ) đối với  $\Delta t$  đã được xác định rõ. Phù hợp với những kết quả theo đường thẳng bởi sự mất tuyến tính với  $\Delta t$  là sự biến thiên độc lập. Ngoài ra tính các hệ số  $a$  và  $b$  đối với  $\varepsilon$  theo Công thức (11):

$$\hat{\varepsilon} = a + b \times \Delta t \quad (11)$$

Ước lượng sự thay đổi  $s^2$  xung quanh đường thẳng sẽ tính. Để thuận tiện có thể sử dụng  $l$  thay cho  $\Delta t$ .

Độ lệch chuẩn  $s$  không vượt quá 0,20 %. Chỉ những kết quả từ phép thử với bằng chứng cháy không hoàn toàn sẽ loại bỏ khỏi phép tính.

Nếu phù hợp với yêu cầu về độ chụm,  $\varepsilon$  đã xác định như Công thức (11) được coi là giá trị nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế sẽ sử dụng trong phép tính giá trị nhiệt lượng cho nhiên liệu. Dải giá trị làm việc của sự tăng nhiệt độ quan sát được sẽ phải xác định rõ.

Nếu không đáp ứng yêu cầu về độ chụm, nguyên nhân gây ra kết quả không phù hợp sẽ được xác định và thực hiện một loạt phép thử hiệu chuẩn mới.

### 9.8 Xác định lại nhiệt dung hữu hiệu

Khi thay đổi các phần quan trọng của hệ thống, nhiệt dung hữu hiệu trung bình sẽ được xác định lại; xem 9.3. Nhiệt dung hữu hiệu trung bình sẽ được xác định lại trong khoảng thời gian không quá sáu tháng.

Đặc biệt đối với hệ thống mới, nên kiểm tra hiệu chuẩn thường xuyên bằng cách một vài tháng thực hiện phép thử sử dụng axit benzoic như là chất kiểm tra; xem 9.3.

Khi hệ thống không thay đổi, giá trị trung bình mới của  $\varepsilon$  nằm trong khoảng 0,25 % của giá trị trước. Nếu có sự chênh lệch lớn hơn 0,25 %, những quy trình thử sẽ được kiểm tra, xác minh và tìm nguyên nhân của vấn đề.

## 10 Giá trị toả nhiệt toàn phần

### 10.1 Quy định chung

Những điều kiện đo nhiệt lượng đốt cháy nhiên liệu sẽ phù hợp với các điều kiện của phép thử hiệu chuẩn; xem 9.2.2 và 9.5. Với quy trình đo nhiệt lượng đã kiểm tra là thoả mãn, thì xác nhận sự cháy hoàn toàn của nhiên liệu là điều quan trọng nhất.

Những nhiên liệu với hàm lượng chất bốc thấp, ví dụ cốc, sẽ có xu hướng khó đốt cháy hoàn toàn trong bom và có thể phải đốt cháy trong chén nung khối lượng thấp, thích hợp khi tiếp xúc nhiệt ít với giá đỡ chén nung. Một cách thay thế đặc biệt hữu hiệu với cốc là trộn lẫn mẫu nhiên liệu với chất trợ cháy, ví dụ axit benzoic hoặc dầu hydrocacbon ít bay hơi. Axit benzoic có lợi thế để xác định năng lượng của sự cháy; xem 8.1 và 8.2.2.

Những biến đổi trong việc hiệu chỉnh axit nitric thường thể hiện rõ trên ranh giới. Khi hàm lượng lưu huỳnh được xác định riêng trên mẫu, việc hiệu chỉnh axit nitric có thể coi như một hằng số tính theo gam của giá trị mẫu. Một cách tương tự sẽ được chấp nhận cho phép thử hiệu chuẩn. Phần lớn sự tạo thành axit nitric phụ thuộc vào nhiệt độ đốt cháy và được tăng cường bởi nitơ trong mẫu, thông thường việc điều chỉnh axit nitric khác nhau đối với sự đốt nhiên liệu và axit benzoic. Nó có thể thay đổi một cách đáng kể cho những loại nhiên liệu khác nhau.

Khi cần phân tích chất làm sạch bom đối với axit sulfuric và axit nitric, quy trình đó được mô tả trong 8.5, hoặc có thể sử dụng quy trình tương đương.

## TCVN 200:2011

### 10.2 Sự đốt than

Thực hiện sự đốt kếp. Mẫu đại diện lấy từ mẫu phân tích (xem Điều 7), và không cần xử lý trước. Lấy một lượng sao cho sự tăng nhiệt độ quan sát nằm trong phạm vi của các phép thử hiệu chuẩn. Theo quy trình đo nhiệt lượng mô tả từ 8.2 đến 8.6, áp dụng những điều kiện nhiệt lượng giống trong phép thử hiệu chuẩn; xem 9.2.2.

Thông thường 1 g than là một phần mẫu. Đối với than có hàm lượng tro cao, ví dụ sử dụng 0,75 g mẫu và chén nung nóng có khối lượng nhỏ (dạng lá), thường sẽ dễ dàng đốt cháy hết. Khuyến cáo sử dụng đĩa sợi silica không tro để lót chén (6.3), hoặc loại tương đương. Nếu sự tăng nhiệt độ quan sát được mà giảm xuống ngoài phạm vi cho phép đối với  $\varepsilon$ , thì việc hiệu chuẩn phải được xác nhận cho phạm vi mở rộng; xem 9.3.

### 10.3 Sự đốt cốc

Các điều kiện chung của mẫu như mô tả đối với than (xem 10.2) cũng áp dụng cho cốc. Khuyến cáo sử dụng chén nung (6.3) hoặc loại tương đương. Mẫu cốc được phân phối đều trong chén. Cốc không phản ứng có thể còn lại cận chứa lượng mẫu không cháy hoặc bỏ hống. Những điều kiện tối ưu cho sự cháy sạch sẽ được nghiên cứu bằng việc thay đổi lượng mẫu khác nhau.

CHÚ THÍCH: Khối lượng mẫu ít hơn và việc đổ thêm một hoặc hai giọt nước cất vào mẫu, sau khi cân có thể dẫn tới sự cháy hết của một vài loại cốc khó cháy.

Cách khác, có thể dùng chất trợ cháy nhằm thúc đẩy mẫu cháy hoàn toàn; xem 8.2.2. Tỷ lệ tối ưu chất trợ cháy cho mẫu cốc phụ thuộc vào những tính chất của từng loại cốc riêng, và cần phải xác định bằng thí nghiệm.

Hiệu chỉnh axit nitric đối với cốc thường nhỏ hơn so với hầu hết các loại than. Khi sử dụng khoáng chất khác, hiệu chỉnh axit nitric cho mỗi phép thử thường lớn hơn so với sự đốt cháy riêng cốc.

### 10.4 Tính giá trị toả nhiệt toàn phần

#### 10.4.1 Quy định chung

Sự thay đổi năng lượng cho toàn bộ quá trình của bom được cho trước theo nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , nhân với sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ . Để tính năng lượng của sự đốt mẫu nhiên liệu, những đóng góp năng lượng từ tất cả phản ứng phụ và được trừ từ  $\varepsilon \times \theta$ , xem 9.4. Khi dùng chất trợ cháy thường số lượng đóng góp phụ là lớn nhất và sẽ phải tính một cách chính xác.

Hơn nữa lưu huỳnh trong mẫu sẽ quyết định lượng axit sulfuric trong bom, trong khi trạng thái của lưu huỳnh cho giá trị nhiệt lượng của nhiên liệu là khi lưu huỳnh dioxit; xem 4.1. Điều này được tính cho một đại lượng đại diện sự phân huỷ, ở thể tích không đổi của axit sulfuric thể lỏng sang khi lưu huỳnh dioxit, oxy và nước lỏng

Giá trị nhiệt lượng đối với nhiên liệu là giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi.

#### 10.4.2 Cơ sở khối lượng nước của nhiệt lượng kế không đổi

Tính giá trị toả nhiệt toàn phần,  $q_{V,gr}$ , ở điều kiện thể tích không đổi của nhiên liệu mẫu phân tích cho từng phép thử riêng, theo Công thức (12):

$$q_{V,gr} = \frac{\varepsilon_n \times \theta - Q_{fuse} - Q_{ign} - Q_N - m_2 \times q_{V,2}}{m_1} - \frac{Q_S}{m_1} \quad (12)$$

trong đó

$q_{V,gr}$  là giá trị toả nhiệt toàn phần;

$\varepsilon_n$  là giá trị trung bình của nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế khi xác định trong hiệu chuẩn; xem 9.6.1, tính bằng Jun trên kenvin, hoặc, tính bằng Jun trên một số đơn vị khác (xem 9.6.1, chú thích);

$Q_S$  lấy được do hiệu chỉnh lưu huỳnh từ axit sulfuric loãng thành khí lưu huỳnh dioxide, tính bằng Jun;

$m_1$  là khối lượng mẫu nhiên liệu, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng của chất trợ cháy nếu có, tính bằng gam;

$q_{V,2}$  là giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi của chất trợ cháy nếu có, tính bằng Jun trên gam;

$\theta$ ,  $Q_{fuse}$ ,  $Q_{ign}$  và  $Q_N$  được xác định tại 9.6.1.

Khi không có hiệu chỉnh cho  $m_2$ , để đảm bảo rằng  $q_{V,2}$  hợp lệ "cân từng gam trong không khí".

Số lượng năng lượng cần để tính sự đóng góp từ mỗi đốt, dây đốt, và sự tạo thành axit nitric đã cho tại 9.6.1. Nhiệt dung riêng của nước và một số vật liệu của chén nung thông thường được nêu tại 9.6.2.

Để tính cho phản ứng khi axit sulfur phân huỷ vào trong nước và lưu huỳnh dioxide thể khí và oxy, hiệu chỉnh bằng 302 J/mmol; tương ứng với 9,41 J/mg lưu huỳnh mà lần lượt tương ứng với giá trị  $Q_S/m_1$  giá trị 94,1 J/mg của mẫu cho 1 % lưu huỳnh trong mẫu phân tích.

Khi sử dụng quy trình phân tích nêu ở 8.5, sự đóng góp từ axit sulfuric và axit nitric, lần lượt theo Công thức (13) và (14):

$$Q_S = 15,1 \times (V_1 + V_2 - 20,0) \quad (13)$$

$$Q_N = 6,0 \times (20,0 - V_2) \quad (14)$$

trong đó

$V_1$  là thể tích của dung dịch bari hydroxit (5.4.1) đã sử dụng, tính bằng mililit;

$V_2$  là thể tích của dung dịch axit clohydric (5.4.4) đã sử dụng, tính bằng mililit.

## TCVN 200:2011

Giá trị điều kiện chứng nhận có thể được sử dụng cho axit benzoic như chất trợ đốt, cấp 1 mL nước để sử dụng ban đầu trong bom. Đối với khối lượng nước lớn hơn, khuyến cáo để điều chỉnh ứng với giá trị mỗi gam phù hợp với lượng nước giới hạn trong chứng chỉ.

Giá trị trung bình của phép xác định kép được coi là giá trị toả nhiệt toàn phần của mẫu nhiên liệu phân tích.

### 10.4.3 Cơ sở tổng khối lượng nhiệt lượng kế không đổi

Trong trường hợp, giá trị trung bình của nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon_{0,n}$ , là một trong những giá trị được rút ra từ các kết quả riêng  $\varepsilon_0$  (xem 9.6.2) và đại diện cho nhiệt lượng kế không có chén nung. Giá trị  $\varepsilon$  hợp lệ đối với phép thử nhiên liệu cụ thể cho trong Công thức (15):

$$\varepsilon_s = \varepsilon_{0,n} - m_{ct} \times c_{p,eq} \quad (15)$$

trong đó

$m_{ct}$  là khối lượng của chén nung đã sử dụng cho việc đốt nhiên liệu, tính bằng gam;  
những ký hiệu khác được quy định tại 9.6.2.

CHÚ THÍCH: Nếu nhiệt dung của chén được tính đến (xem 9.6.2, chú thích) trong khi tính những giá trị  $\varepsilon_0$ , ( $c_{p,eq} - c_{p,ct}$ ) sẽ thay cho  $c_{p,eq}$  để tính  $\varepsilon_s$ .

$\varepsilon_s$  thay cho  $\varepsilon_n$  trong Công thức (12) để tính giá trị toả nhiệt toàn phần tại thể tích không đổi đối với mẫu nhiên liệu từ một phép thử riêng. Giá trị trung bình của các phép xác định kép được coi là kết quả đối với mẫu phân tích của nhiên liệu.

### 10.4.4 $\varepsilon$ như một hàm của sự tăng nhiệt độ quan sát được

Khi có yêu cầu nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế được biểu thị như một hàm của sự tăng nhiệt độ quan sát (xem 9.3 và 9.7.2).  $\varepsilon_n$  trong Công thức (12) và  $\varepsilon_{0,n}$  trong Công thức (15), một cách tương ứng, sẽ được thay thế bằng:

$$\hat{\varepsilon} = a + b \times \Delta t \quad (16)$$

trong đó

Hệ số  $a$  và  $b$  được rút ra từ các lần hiệu chuẩn (xem 9.7.2);

$\Delta t$  là ký hiệu cho sự tăng nhiệt độ quan sát ( $t_f - t_i$ ), theo độ Kelvin hoặc sử dụng đơn vị cho phép thử nhiên liệu cụ thể. Để thuận tiện,  $\theta$  có thể sử dụng thay thế  $\Delta t$ ; xem 9.7.2.

Giá trị trung bình của phép xác định kép được coi là kết quả cho phép phân tích mẫu nhiên liệu.

## 10.5 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ẩm của mẫu phân tích cụ thể là hiệu số liên quan với việc tính trên các cơ sở khác, được khuyến cáo để tính giá trị toả nhiệt toàn phần  $q_{v,gr,s}$  ở thể tích không của nhiên liệu khô (không ẩm), tính bằng Jun trên gam, sử dụng Công thức (17):

$$q_{v,gr,d} = q_{v,gr} \times \frac{100}{100 - M} \quad (17)$$

trong đó

$M$  là hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích, tính bằng phần trăm khối lượng;

$q_{v,gr}$  như xác định trong 10.4.2.

Giá trị nhiệt lượng ở thể tích không đổi yêu cầu trên cơ sở về hàm lượng ẩm  $q_{v,gr,m}$ , theo Công thức (18):

$$q_{v,gr,m} = q_{v,gr,d} \times (1 - 0,01M_T) \quad (18)$$

trong đó

$M_T$  là hàm lượng ẩm toàn phần, tính theo phần trăm khối lượng, đối với giá trị nhiệt lượng yêu cầu, thông thường đối với nhiên liệu đã lấy mẫu, hoặc đã cháy, và

$$(1 - 0,01M_T) = \frac{100 - M_T}{100}$$

Kết quả phải được báo cáo chính xác đến bội số của 10 J/g liên quan đến trạng thái thể tích không đổi, toàn phần (nước lỏng), và cơ sở về hàm lượng ẩm (ví dụ khô hoặc "như mẫu đã lấy").

CHÚ THÍCH 1: Chuyển  $q_{v,gr,m}$  từ jun trên gam sang nhiệt lượng trên gam, giá trị jun trên gam được phân bố bằng hệ số 4,186 8, kết quả được báo cáo chính xác đến bội số của 1 cal/g.

CHÚ THÍCH 2: Chuyển  $q_{v,gr,m}$  từ jun trên gam sang đơn vị nhiệt lượng Anh trên pound, giá trị jun trên gam được phân bố bằng hệ số 2,326, kết quả được báo cáo chính xác đến bội số của 1 Btu/lb.

## 10.6 Tính theo các cơ sở khác

Để tính kết quả theo các cơ sở khác, áp dụng TCVN 318 (ISO 1170).

Tất cả các phép tính trên cơ sở khác sẽ được biểu thị bằng Jun trên gam, báo cáo theo tiêu chuẩn qui định, chính xác đến 10 J/g, trước khi chuyển thành calo trên gam hoặc đơn vị nhiệt Anh trên pao. Hệ số chuyển đổi và chuẩn mực báo cáo áp dụng theo 10.5.

## 11 Độ chụm

### 11.1 Giới hạn độ lặp lại

Kết quả của các phép xác định kép, thực hiện tại cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, trên cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn trên cùng một mẫu phân tích, không chênh nhau quá 120 J/g.

### 11.2 Giới hạn độ tái lập

Giá trị trung bình của các kết quả của các phép xác định kép, thực hiện ở một trong hai phòng thí nghiệm khác nhau, trên các phần mẫu đại diện lấy từ cùng một mẫu, sau bước cuối cùng chuẩn bị mẫu, không chênh nhau quá 300 J/g.



## 12 Tính giá trị toả nhiệt thực

### 12.1 Quy định chung

Sự chênh lệch chung giữa giá trị nhiệt lượng toàn phần và nhiệt lượng thực có liên quan đến trạng thái vật lý của nước trong các sản phẩm của phản ứng (so sánh các định nghĩa 3.1.1 và 3.1.3). Giá trị toả nhiệt của nhiên liệu thường sử dụng nhiều nhất cho mục đích thực tế là giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi đối với nhiên liệu có hàm lượng ẩm xác định. Giá trị này có thể được sinh ra từ giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi đối với mẫu khô, với điều kiện là tổng hàm lượng hydro của mẫu ẩm tự nhiên có thể xác định bằng thử nghiệm hoặc, đối với từng loại nhiên liệu riêng, sự đánh giá chắc chắn. Ngoài ra thành phần oxy và nitơ của mẫu ẩm tự nhiên "thêm" vào pha khí của hệ thống sản phẩm, và theo nguyên tắc phải được tính đến. Đối với mục đích này nitơ có thể bao gồm oxy.

CHÚ THÍCH: Giá trị toả nhiệt thực ở thể tích không đổi (3.1.3) đối với nhiên liệu có hàm lượng ẩm quy định là dễ dàng tính được, ngay khi có số đo hàm lượng hydro. Trong trường hợp này, hàm lượng oxy và hydro là không quan trọng.

### 12.2 Các phép tính

#### 12.2.1 Tính giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi

##### 12.2.1.1 Quy định chung

Giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi, phản ánh các điều kiện đốt thực tế, các cơ sở tốt hơn để báo cáo giá trị toả nhiệt thực.

Giá trị toả nhiệt thực,  $q_{p,net,m}$ , của nhiên liệu ở áp suất không đổi sẽ được tính theo Công thức (19), công thức này có tính đến các thay đổi về hàm lượng ẩm theo yêu cầu, tính bằng Jun trên gam:

$$q_{p,net,m} = \{q_{v,gr,d} - 212 w_{H,d} - 0,8[w_{O,d} + w_{N,d}]\} \times (1 - 0,01M_T) - 24,43M_T \quad (19)$$

trong đó

$q_{v,gr,d}$  là giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi của nhiên liệu không ẩm; xem 10.5, tính bằng Jun trên gam;

$w_{H,d}$  là hàm lượng hydro của nhiên liệu ở không ẩm "khô" bao gồm hydro từ nước của sự hydrat hoá khoáng vật bằng hydro trong than, tính bằng phần trăm khối lượng;

$w_{O,d}$  là hàm lượng oxy của nhiên liệu không ẩm, tính bằng phần trăm khối lượng;

$w_{N,d}$  là hàm lượng nitơ của nhiên liệu không ẩm, tính bằng phần trăm khối lượng;

$M_T$  là tổng hàm lượng ẩm, dùng để tính. Ở trạng thái khô,  $M_T = 0$ ; ở trạng thái khô không khí,  $M_T = M$  (xem 10.5); ở trạng thái khác như mẫu đã lấy hoặc trạng thái như khi đốt,  $M_T$  là tổng hàm lượng ẩm, tính bằng phần trăm khối lượng.

Hydro và nitơ được xác định như trong ISO 29541 hoặc phương pháp phù hợp khác. Oxy không được xác định trực tiếp nhưng tính "oxy bằng cách khác" theo TCVN 8621 (ISO 17247).

Nitơ có thể được tính cùng với oxy theo TCVN 8621 (ISO 17247), ví dụ,  $[w_{O,d} + w_{N,d}]$  có thể tính được bằng cách trừ 100 phần trăm của tro, cacbon, hydro và lưu huỳnh.

### 12.2.1.2 Ví dụ về phép tính

Thực hiện các phép tính với các giá trị sau:

- tổng hàm lượng ẩm	8,9 %	trạng thái như khi nhận
- hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích	2,5 %	trạng thái khô không khí
- giá trị tỏa nhiệt toàn phần, ở thể tích không đổi	27 230 J/g	trạng thái khô
- hydro	4,19 %	trạng thái khô
- oxy	6,81 %	trạng thái khô
- nitơ	1,45 %	trạng thái khô

Giá trị tỏa nhiệt thực ở áp suất không đổi có thể xác định như sau:

a) ở trạng thái khô

$$\begin{aligned}
 q_{p,net,dry} &= [27\,230 - (212 \times 4,19) - 0,8(6,81 + 1,45)] \times [1 - (0,01 \times 0)] - (24,43 \times 0) \\
 &= [27\,230 - 888,28 - (0,8 \times 8,26)] \times 1 - 0 \\
 &= (27\,230 - 888,28 - 6,608) \times 1 \\
 &= 26\,335,112 \text{ J/g} \\
 &= 26\,340 \text{ J/g} \qquad \qquad \qquad 6\,291 \text{ cal/g} \qquad \qquad 11\,324 \text{ Btu/lb}
 \end{aligned}$$

b) ở trạng thái như khi nhận

$$\begin{aligned}
 q_{p,net,as-received} &= [27\,230 - (212 \times 4,19) - 0,8(6,81 + 1,45)] \times [1 - (0,01 \times 8,9)] - (24,43 \times 8,9) \\
 &= [27\,230 - 888,28 - (0,8 \times 8,26)] \times (1 - 0,089) - 217,427 \\
 &= (27\,230 - 888,28 - 6,608) \times 0,911 - 217,427 \\
 &= 26\,335,112 \times 0,911 - 217,427 \\
 &= 23\,773,86 \text{ J/g} \\
 &= 23\,770 \text{ J/g} \qquad \qquad \qquad 5\,677 \text{ cal/g} \qquad \qquad 10\,219 \text{ Btu/lb}
 \end{aligned}$$

c) ở trạng thái khô không khí

$$\begin{aligned}
 q_{p,net,air-dried} &= [27\,230 - (212 \times 4,19) - 0,8(6,81 + 1,45)] \times [1 - (0,01 \times 2,5)] - (24,43 \times 2,5) \\
 &= [27\,230 - 888,28 - (0,8 \times 8,26)] \times (1 - 0,025) - 61,075 \\
 &= (27\,230 - 888,28 - 6,608) \times 0,975 - 61,075
 \end{aligned}$$

TCVN 200:2011

$$\begin{aligned}
&= 26\,335,112 \times 0,975 - 61,075 \\
&= 25\,676,734 - 61,075 \\
&= 25\,615,659 \text{ J/g} \\
&= 25\,620 \text{ J/g} \qquad\qquad\qquad 6\,119 \text{ cal/g} \qquad\qquad 11\,015 \text{ Btu/lb}
\end{aligned}$$

12.2.2 Tính giá trị tỏa nhiệt thực ở thể tích không đổi

12.2.2.1 Quy định chung

Giá trị tỏa nhiệt thực  $q_{V,net,m}$  của nhiên liệu với hàm lượng ẩm  $M_T$  ở thể tích không đổi, tính bằng jun trên gam, có thể được tính theo Công thức (20):

$$q_{V,net,m} = [q_{V,gr,d} - 206w_{H_2O}] \times (1 - 0,01 M_T) - 23,05 M_T \tag{20}$$

Các ký hiệu như quy định tại 12.2.1.1.

12.2.2.2 Ví dụ về phép tính

Tiến hành tính với các giá trị sau:

- tổng hàm lượng ẩm 8,9 % ở trạng thái như đã nhận
- hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích 2,5 % ở trạng thái khô không khí
- giá trị tỏa nhiệt toàn phần, ở thể tích không đổi 27 230 J/g ở trạng thái khô
- hydro 4,19 % ở trạng thái khô

Không bắt buộc tính oxy và nitơ khi tính giá trị tỏa nhiệt thực ở thể tích không đổi

Giá trị tỏa nhiệt thực ở thể tích không đổi có thể xác định như sau:

a) ở trạng thái khô

$$\begin{aligned}
q_{p,net, dry} &= [27\,230 - (206 \times 4,19)] \times [1 - (0,01 \times 0)] - (23,05 \times 0) \\
&= (27\,230 - 863,14) \times 1 - 0 \\
&= 26\,366,86 \text{ J/g} \\
&= 26\,370 \text{ J/g} \qquad\qquad\qquad 6\,298 \text{ cal/g} \qquad\qquad 11\,337 \text{ Btu/lb}
\end{aligned}$$

b) ở trạng thái như khi nhận

$$\begin{aligned}
q_{p,net, as-received} &= [27\,230 - (206 \times 4,19)] \times [1 - (0,01 \times 8,9)] - (23,05 \times 8,9) \\
&= (27\,230 - 863,14) \times (1 - 0,089) - 205,145 \\
&= 26\,366,86 \times 0,911 - 205,145 \\
&= 23\,815,064 \text{ J/g} \\
&= 23\,820 \text{ J/g} \qquad\qquad\qquad 5\,689 \text{ cal/g} \qquad\qquad 10\,241 \text{ Btu/lb}
\end{aligned}$$

c) ở trạng thái khô không khí

$$\begin{aligned}
 Q_{p,net,air-dry} &= [27\,230 - (206 \times 4,19)] \times [1 - (0,01 \times 2,5)] - (23,05 \times 2,5) \\
 &= (27\,230 - 863,14) \times (1 - 0,025) - 57,625 \\
 &\approx 26\,366,86 \times 0,975 - 57,625 \\
 &= 25\,707,689 - 57,625 \\
 &= 25\,650,064 \text{ J/g} \\
 &= 25\,650 \text{ J/g} \qquad \qquad \qquad 6\,126 \text{ cal/g} \qquad \qquad 11\,028 \text{ Btu/lb}
 \end{aligned}$$

### 13 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử bao gồm các nội dung sau:

- nhận dạng mẫu thử;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các kết quả viện dẫn theo các trạng thái hợp lý đối với (các) giá trị tỏa nhiệt.

## **Phụ lục A**

(quy định)

### **Bom nhiệt lượng kế đoạn nhiệt**

#### **A.1 Nguyên tắc**

Trong thực tế nhiệt lượng kế đoạn nhiệt không có sự trao đổi nhiệt giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt (túi nước) bao quanh. Sự trao đổi nhiệt diễn ra ở ranh giới chung, động lực là sự chênh lệch thực về nhiệt độ. Về mặt lý thuyết, toàn bộ bề mặt ngoài của bình nhiệt lượng kế, bao gồm cả nắp, phải có nhiệt độ đồng đều trong suốt thời gian tiến hành thí nghiệm, nhiệt độ này phải phù hợp với nhiệt độ bên trong của bộ ổn nhiệt và nắp tiếp xúc với nhiệt lượng kế. Không được có bất kỳ sự khác nhau nào về nhiệt độ, ví dụ với cột nhiệt độ zero, không có lưu lượng nhiệt thực giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt. Tuy nhiên vẫn có sự tăng chậm nhiệt độ của nhiệt lượng kế do công suất bộ khuấy, với sự tham gia dương hoặc âm do đầu dò nhiệt kế tự nóng lên và sự dẫn nhiệt dọc theo cánh khuấy, dây chì đốt, nhiệt kế, v.v... Để thuận tiện các nhiệt lượng kế "đoạn nhiệt" thường hoạt động bằng lượng nhiệt ngược nhờ để cân bằng, tức là, bù lại, sự thay đổi nhiệt độ tăng lên.

#### **A.2 Các nguồn gốc gây sai số cho nhiệt lượng kế thực tế**

Trong thực tế khó đạt được các điều kiện đoạn nhiệt thực, đặc biệt trong vùng nhiệt độ nhiệt lượng kế tăng nhanh khi đốt mẫu. Thiết kế của bộ ổn nhiệt và phương pháp tiến hành xác định sao cho có hiệu quả, tương ứng sự thay đổi nhiệt độ nhiệt lượng kế và từ đó mở rộng phạm vi trao đổi nhiệt không kiểm soát được.

Khi nhiệt lượng kế không có nắp, những đặc tính trao đổi nhiệt phía trên, phần lớn được xác định bởi bề mặt của nước nhiệt lượng kế cùng với bề mặt của phần bom nằm ở trên nước. Cùng với việc nhiệt lượng kế "mở" luôn có sự bay hơi không kiểm soát của nước nhiệt lượng kế trong chu kỳ chính, kèm theo sự tương đương "tổn hao nhiệt". Các sai lệch lớn này chủ yếu là một hàm của sự trễ nhiệt độ của bộ ổn nhiệt trong chu kỳ chính.

Nếu không có các chú ý đặc biệt trong khâu thiết kế và lắp đặt, thì nắp của nhiệt lượng kế luôn tiếp xúc kèm với bản thân nhiệt lượng kế đó. Do đó có thể có sự trễ về nhiệt độ, ví dụ, có thể do sự mất nhiệt không kiểm soát được từ bộ ổn nhiệt. Điều này cũng kéo dài thời gian cần thiết để nhiệt lượng kế đạt được sự cân bằng nhiệt hoặc trạng thái ổn định. Mặt khác nắp cũng ngăn sự thất thoát nhiệt thực từ sự bay hơi nước nhiệt lượng kế, do ngưng tụ trong nắp, lưu được năng lượng bay hơi đối với nhiệt lượng kế. Trên thực tế, nước đọng lại giúp cân bằng nhiệt của nắp với phần còn lại của nhiệt lượng kế.

Sự trao đổi nhiệt nhỏ nhất xảy ra do sự khác nhau nhiệt độ tạm thời mà không thể ngăn ngừa hết được, điều quan trọng là để giữ bề mặt ngoài của nhiệt lượng kế, và ở "bên trong" bộ ổn nhiệt, sạch (bóng) và khô. Nhìn chung, những sai lỗi và sự thiếu hụt khác nhau hoặc thay đổi giữa các phép thử hiệu chuẩn, và phép thử nhiên liệu là một trong các nguyên nhân ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả cuối cùng.

### A.3 Các điều kiện đoạn nhiệt

#### A.3.1 Bộ ổn nhiệt

Khi bộ ổn nhiệt được đốt nóng bằng dòng điện trực tiếp qua nước của bộ ổn nhiệt, phải tiến hành cẩn thận để giữ nồng độ muối (thường là  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) ở mức quy định để duy trì năng lượng đốt đồng đều trên tất cả các phép thử. Sự giảm nồng độ muối có thể gây cản trở đáng kể đến tốc độ gia nhiệt, thậm chí cuối cùng có thể dẫn đến các khó khăn trong việc đạt được những điều kiện đoạn nhiệt trong suốt thời gian đốt mẫu.

Kiểm soát sự đoạn nhiệt không tốt trong nửa đầu chu kỳ chính dễ bị coi nhẹ. Không kể đến kiểu gia nhiệt của bộ ổn nhiệt, thì phải kiểm tra định kỳ (hàng tuần) để xác định, ví dụ thời gian diễn ra đối với bộ ổn nhiệt để bắt kịp với sự tăng nhanh nhiệt độ của nhiệt lượng kế trong thời gian đốt không bị tăng lên đều đều.

#### A.3.2 Kiểm soát đoạn nhiệt

Việc kiểm soát để đạt được những điều kiện đoạn nhiệt phải được điều chỉnh như quy định trong số tay thiết bị. Đặc biệt là, chọn cách nối mạch cầu để kết quả bằng zero hoặc giảm đến nhỏ nhất nhiệt độ nhiệt lượng kế ở nhiệt độ cuối của phép thử (xem A.5).

CHÚ THÍCH: Những cảm biến không tuyến tính thường được sử dụng trong mạch điều khiển nhiệt độ. Trừ khi hai cảm biến hoàn toàn phù hợp, nó không có khả năng giảm nhiệt độ về zero trong dải làm việc đã chọn. Không thể đưa nhiệt độ đầu về zero trong dải làm việc bằng việc đặt một cầu. Những cảm biến không phù hợp cũng gây những hạn chế ở những phương án chấp nhận sự biến đổi nhiệt độ cuối của thí nghiệm.

Trong nhiệt lượng kế tốt, việc đặt kiểm soát đoạn nhiệt thường cần ít hoặc không cần điều chỉnh tạm thời nào. Tuy nhiên, việc đó, được kiểm tra xác nhận bằng kiểm tra tốc độ thay đổi ở nhiệt độ cuối, ví dụ xem xét nhiệt độ sau chu kỳ 5 min đến 10 min đôi ra so với thời gian bình thường của thí nghiệm. Tốc độ thay đổi bằng 0,001 K/min hoặc lớn hơn tại nhiệt độ cuối sẽ được loại ra bằng sự điều chỉnh việc đặt điều khiển, hoặc cho hiệu chỉnh; xem 6.2.4 và Điều A.5.

### A.4 Trạng thái ổn định ban đầu và thời gian của chu kỳ chính

Chu kỳ cân bằng để các thành phần khác của nhiệt lượng kế đã lắp đạt được nhiệt độ đồng đều. Đồng thời, việc kiểm soát đoạn nhiệt đưa bộ ổn nhiệt đến nhiệt độ làm việc, sát với nhiệt lượng kế. Để ít phút sau khi kiểm tra hiển thị nhiệt độ của bộ ổn nhiệt và của nhiệt lượng kế là gần bằng nhau trước khi đọc nhiệt độ nhiệt lượng kế tại các khoảng thời gian 1 min.

## TCVN 200:2011

Khi ba số đọc liên tiếp là giá trị như nhau chính xác đến 0,001 K hoặc hơn, hoặc khi có thay đổi với một lượng (giới hạn) như nhau (tỷ lệ thay đổi không đổi), có thể cho mẫu cháy.

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian dự kiến của sự cân bằng kết hợp và chu kỳ trước cho phần lớn các hệ thống đoạn nhiệt theo thứ tự từ 8 min đến 10 min. Tuy nhiên, bất cứ phần nào của nhiệt lượng kể đến nhiệt độ sai lệch thực giữa các phép thử có thể kéo dài thời gian cân bằng nhiệt của nhiệt lượng kế

Tùy thuộc vào loại mẫu, sự đốt cháy trong bom diễn ra từ khoảng 10 s đến 25 s. Thời gian yêu cầu cho toàn bộ lượng nhiệt thoát ra được phân bố một cách đồng đều, ví dụ cho toàn bộ các phần của nhiệt lượng kế đạt đến nhiệt độ đồng đều, đầu tiên là một hàm chủ yếu của cánh khuấy và công suất bộ khuấy. Chu kỳ chính sẽ gồm thời gian cân bằng nhiệt độ nhưng không lâu hơn thời gian cần thiết.

Thời gian của chu kỳ chính được xác định trong hàng loạt các phép thử hiệu chuẩn, trong đó các số đọc nhiệt độ trong khoảng thời gian 1 min kể từ lúc đốt mẫu trong mỗi thí nghiệm. Từ sự quan sát này, ghi thời gian tính theo phút từ thời gian đốt cho đến khi số đọc thứ hai trong ba lần đọc liên tiếp không chênh nhau quá 0,001 K. Thời gian xác định lớn nhất của 5 phép thử hiệu chuẩn sẽ xác định thời gian của chu kỳ chính. Thời gian này không quá 10 min, các khoảng thời gian được đánh giá từ các phép thử không được chênh nhau quá 2 min.

Khi thao tác thường có sự thay đổi nhỏ về nhiệt độ cuối của thí nghiệm, yêu cầu "nhiệt độ không đổi" sẽ thay đổi đến một tốc độ thay đổi không đổi, khoảng 0,001 K/min đối với ba khoảng thời gian 1 min liên tiếp.

### A.5 Sự hiệu chỉnh về thay đổi tại nhiệt độ cuối

Khi những kiểm soát đoạn nhiệt được đặt về zero tại nhiệt độ cuối, sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh sẽ là :  $\theta = t_f - t_i$  (xem 8.6.3) trong đó  $t_i$  là nhiệt độ nhiệt lượng kế  $t_i$  tại thời điểm đốt mẫu và  $t_f$  là nhiệt độ cuối của chu kỳ chính.

Sự thay đổi có giới hạn về nhiệt độ trước khi đốt mẫu không cần tính đến khi tiến hành tính. Sự thay đổi quan trọng ở cuối và ngoài của chu kỳ chính, sẽ phải được tính đến. Nó có thể được coi là sự đóng góp không đổi trong chu kỳ chính. Một cách tiếp cận hợp lý là bắt đầu hiệu chỉnh 1 min sau khi đốt mẫu. Theo nguyên tắc, tốc độ thay đổi cần được xác định cho hoạt động riêng. Nhưng tốc độ thay đổi cuối được xác định như một hằng số gồm các chu kỳ của khoảng thời gian xác định nhiệt độ cuối, việc hiệu chỉnh có thể dựa trên cơ sở tốc độ cố định.

CHÚ THÍCH 1: Tốc độ thay đổi khoảng 0,001 K/min không tính cho một chu kỳ chính bằng khoảng 10 min, dẫn đến kết quả sai  $\theta$  xấp xỉ 0,01 K. Đối với giá trị  $\epsilon$  bằng khoảng 10 kJ/K, sai số sinh ra đối với giá trị toả nhiệt của nhiên liệu sẽ bằng 100J/g. Nếu chính xác các sai số giống nhau từ các nguồn giống nhau sinh ra trong hiệu chuẩn và trong phép thử nhiên liệu, nó sẽ không ảnh hưởng đến kết quả cuối cùng, ít nhất theo sự thay đổi của  $\theta$  trong khoảng  $\pm 30\%$ .

Tốc độ thay đổi cuối  $g$ , tính bằng K/min được xác định trong khoảng thời gian, mà ít nhất trong nửa thời gian đó có sự hiệu chỉnh. Đối với chu kỳ chính 9 min, sẽ cho chu kỳ 4 min.

CHÚ THÍCH 2: Khi sự thay đổi nhiệt độ của nhiệt lượng kế được biểu thị bằng các đơn vị nhiệt độ khác, (xem 9.6.1) thì  $g_f$  là giá trị tương ứng của đơn vị đó trên phút.

Sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , được hiệu chỉnh đối với sự thay đổi tại nhiệt độ cuối, được tính theo Công thức (A.1):

$$\theta = t_f - t_i - g_f \times (\Delta\tau - 1) \quad (\text{A.1})$$

trong đó

$\Delta\tau$  là thời gian của chu kỳ chỉnh, tính bằng min;

$g_f$  được tính theo Công thức (A.2):

$$g_f = \frac{t_{f+a} - t_f}{a} \quad (\text{A.2})$$

trong đó

$t_{f+a}$  là nhiệt độ sau  $a$  phút sau khi kết thúc chu kỳ chỉnh.

Cách khác đánh giá  $g_f$  theo độ dốc tuyến tính phù hợp các số đọc thời gian nhiệt độ tại các khoảng 1 min từ thời điểm cuối chu kỳ chỉnh.

## A. 6 Phương pháp kiểm tra độ chệch

Đối với nhiệt lượng kế đốt đoạn nhiệt, các nguồn chính gây ra lỗi hệ thống trong phép đo có liên quan đến các khó khăn trong điều kiện đoạn nhiệt, trong thời gian thay đổi nhiệt độ các bộ phận của nhiệt lượng kế. Nó được biểu thị theo sự tăng giá trị nhiệt dung hữu hiệu với sự tăng của khối lượng mẫu. Các mẫu cháy nhanh như dầu parafin, thông thường các lỗi về trọng lượng và dạng mất nhiệt có thể không huỷ được giữa hiệu chuẩn và những phép thử nhiên liệu.

Trong hầu hết các nhiệt lượng kế, phép kiểm tra về sự trễ nhiệt độ cách ly trong bộ ổn nhiệt là một hàm số của khối lượng mẫu và loại mẫu luôn phải thực hiện. Sự thay đổi nhiệt trong bộ ổn nhiệt dựa trên sự đốt cháy mẫu, được đo cho khoảng 3 min và được thể hiện bằng hàm của thời gian cùng với giá trị nhiệt độ-thời gian nhiệt lượng kế. Đối với nhiệt lượng kế đoạn nhiệt, số đọc nhiệt độ của nhiệt lượng kế trong thực tế không yêu cầu trong thời gian của phần đầu của chu kỳ chỉnh đối với những mục đích chuẩn đoán khác. Đối với phép kiểm tra sự trễ của bộ ổn nhiệt, cần thực hiện ở các tần suất đủ để biểu diễn đường cong thời gian nhiệt độ.

Không yêu cầu hiệu chuẩn riêng nhiệt kế bộ ổn nhiệt, nhưng phải có thời gian tương thích với thời gian của bộ ổn nhiệt của nhiệt lượng kế. Trên một biểu đồ, hai nhiệt độ "tỷ lệ" được thực hiện để cân nhắc đơn giản thời điểm đốt mẫu. Hai nhiệt độ cần phải sát giới hạn trên, khi đó hệ thống đang đạt đến cân bằng nhiệt. Vùng giữa hai đường cong là số đo của sự mất nhiệt tiềm ẩn, và sự tăng đáng kể của khu vực này là hàm số của khối lượng mẫu, tức là,  $\theta$ , hoặc loại mẫu để so sánh giá trị  $\theta$ , hiển thị sự rủi ro của lỗi hệ thống trong việc xác định giá trị nhiệt lượng. Đặc biệt cần thận để hạn chế sự thay đổi nhiệt khi tiến hành phép thử trong phạm vi và mức an toàn.



## Phụ lục B

(quy định)

## Bom nhiệt lượng kế đẳng nhiệt và vô tính nhiệt

## B.1 Nguyên tắc

Tính chất đặc trưng của nhiệt lượng kế đẳng nhiệt là lớp vỏ đẳng nhiệt. Nhiệt độ xung quanh bộ ổn nhiệt được giữ không đổi trong quá trình thử nghiệm bằng sự kiểm soát tích cực. Bộ ổn nhiệt của nhiệt lượng kế tĩnh nhiệt có công suất nhiệt sao cho, thậm chí không cần kiểm soát tích cực, nhiệt độ vẫn giữ được gần như không đổi trong suốt quá trình đo. Trong cả hai trường hợp có luồng nhiệt giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt. Nhiệt lượng kế được bao bọc bằng vật liệu cách nhiệt và thường không dùng rộng rãi như những nhiệt lượng kế vô tính nhiệt.

Sự trao đổi nhiệt giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt xảy ra ở ranh giới chung, lực truyền là cột áp nhiệt. Toàn bộ mặt ngoài của bình nhiệt lượng kế, gồm cả nắp, cần có nhiệt độ đồng đều bằng nhiệt độ đo được bằng cảm biến nhiệt độ trong nhiệt lượng kế. Nhiệt độ thành trong của bộ ổn nhiệt và mặt nắp nhiệt lượng kế cần duy trì không đổi và đồng đều trong suốt quá trình thử.

Để làm có thể ước lượng và điều chỉnh sự thay đổi nhiệt thực, nhiệt lượng kế được làm mát theo định luật Newton, ví dụ, dòng nhiệt giữa nhiệt lượng kế và bộ ổn nhiệt sẽ tỷ lệ thuận với sự chênh lệch nhiệt độ thực đối với dải rộng lớn của cột áp nhiệt. Đối với nhiệt lượng kế, dòng nhiệt trong nhiệt lượng kế,  $\frac{d_q}{dT}$  được biểu biểu thị như Công thức (B.1):

$$\frac{d_q}{dT} = k(t_j - t) \quad (\text{B.1})$$

trong đó

- $t_j$  là nhiệt độ vỏ;
- $t$  là nhiệt độ của nhiệt lượng kế;
- $(t_j - t)$  là chênh lệch nhiệt độ;
- $k$  là hằng số làm nguội theo Định luật Newton.

Trong công thức trên  $d_q$  (thay đổi nhiệt) có thể thay bằng  $c_p dt$  (nhiệt dung nhân với sự thay đổi nhiệt độ). Vì vậy nhiệt dung,  $\epsilon$ , của bình nhiệt lượng kế có thể được coi là không đổi đối với dải nhiệt độ thử, Công thức (B.1) sẽ được viết là  $\frac{dt}{d\tau}$ , tốc độ thay đổi nhiệt độ (dao động) trong nhiệt lượng kế do dòng nhiệt, như trong Công thức (B.2):

$$\frac{dt}{d\tau} = G(t_j - t) + P_{st} \quad (\text{B.2})$$

trong đó

$G$  là hằng số, nội chung được coi là tốc độ riêng;

$P_{st}$  là công suất của bộ khuấy.

Yêu cầu công suất của bộ khuấy phải không đổi trong quá trình thử nghiệm (xem 8.1) cho phép

$\frac{dt}{d\tau}$  biểu thị như Công thức (B.3):

$$\frac{dt}{d\tau} = G(t_\infty - t) \quad (\text{B.3})$$

trong đó

$t_\infty$  là nhiệt độ nhiệt lượng kế sẽ đạt được nếu tiếp tục vận hành cho chu kỳ kéo dài;

$G$  được đánh giá từ phép đo thời gian nhiệt độ của chu kỳ tăng nhiệt độ, chu kỳ trước và sau; xem Hình 2.

Sự đóng góp từ sự trao đổi nhiệt,  $\Delta t_{ex}$ , đến toàn bộ sự tăng nhiệt độ quan sát được trong chu kỳ chính thu được bằng tích phân như trong Công thức (B.4):

$$\begin{aligned} \Delta t_{ex} &= \int_{t_1}^{t_2} (dt/d\tau) d\tau \\ &= \int_{t_1}^{t_2} G(t_\infty - t) d\tau \end{aligned} \quad (\text{B.4})$$

Sử dụng số đọc thời gian nhiệt độ ( $t$ ,  $\tau$ ) của chu kỳ chính.

## B.2 Các nguồn gốc gây sai lỗi đối với nhiệt lượng kế thực

Việc chế tạo vỏ đẳng nhiệt của nhiệt lượng kế đẳng nhiệt theo yêu cầu về hằng số và sự đồng đều nhiệt độ là không khó khăn, miễn là chất lỏng bộ ổn nhiệt được lưu thông qua nắp bộ ổn nhiệt với tốc độ thích hợp.

Nhiệt lượng kế vỏ tĩnh nhiệt, nhiệt độ bộ ổn nhiệt sẽ ít thay đổi trong suốt quá trình thí nghiệm, với một vài sự khác biệt khi tăng nhiệt độ của nhiệt lượng kế do quá trình đốt mẫu. Nhiệt dung của bộ ổn nhiệt coi như hằng số tốc độ riêng (làm mát)  $G$  bằng 0,002 0/min, tăng nhiệt độ của túi nước nhỏ hơn 0,16 K từ thời gian đốt mẫu đến khi kết thúc chu kỳ sau, đối với hằng số riêng bằng 0,003 0/min, sẽ nhỏ hơn 0,11 K. Sự dao động nhiệt độ của bộ ổn nhiệt tỉ lệ thuận với cột áp đo nhiệt.

## TCVN 200:2011

Nắp nhiệt lượng kế tiếp xúc nhiệt kém với phần chính của nhiệt lượng kế sẽ trễ sau khi nhiệt độ thay đổi nhanh trong chu kỳ chính và có thể tăng đến sự trao đổi nhiệt không thể dự đoán được với bộ ổn nhiệt. Cũng có thể kéo dài thời gian yêu cầu để nhiệt lượng kế cân bằng nhiệt hoặc trạng thái ổn định. Ngoài ra, nắp ngăn ngừa tổn thất nhiệt thực từ sự bay hơi của nước nhiệt lượng kế từ đó nước sẽ ngưng lại ở mặt trong của nắp, phục hồi lại năng lượng bay hơi đến nhiệt lượng kế. Trong thực tế nước ngưng làm cân bằng nhiệt của nắp với phần còn lại của nhiệt lượng kế. Việc chọn nhiệt độ của bộ ổn nhiệt ảnh hưởng đến lượng mất do bay hơi khi nhiệt lượng kế không có nắp.

Những biến đổi đặc tính trao đổi nhiệt giảm tối thiểu bằng cách giữ mặt ngoài của nhiệt lượng kế và "mặt trong" của bộ ổn nhiệt sạch "bóng" và khô. Hằng số tốc độ riêng  $G$  không được thay đổi vượt quá  $\pm 3\%$  giữa các lần thí nghiệm. Có thể biểu thị sự chênh lệch lớn hơn, ví dụ, biểu hiện qua sự trượt trục của bộ phận khuấy. Cần nhấn mạnh rằng những sai lỗi ảnh hưởng đến độ chính xác của kết quả cuối cùng là các sai lỗi mà gây chênh lệch hoặc thay đổi giữa hiệu chuẩn và phép thử nhiên liệu.

### B.3 Lựa chọn nhiệt độ vỏ

Thực hiện phép đo nhiệt lượng để chạy bộ ổn nhiệt của nhiệt lượng kế đẳng nhiệt ở nhiệt độ từ 0,2 K đến 0,4 K, cao hơn nhiệt độ cuối của nhiệt lượng kế. Bằng cách này nhiệt lượng kế sẽ là phần lạnh hơn trong suốt quá trình thí nghiệm, và do đó giảm thiểu sự bay hơi. Đây là điều đặc biệt quan trọng khi nhiệt lượng kế không có nắp.

Cùng nguyên tắc trên áp dụng đối với nhiệt lượng kế tĩnh nhiệt.

### B.4 Chu kỳ tăng nhiệt độ

#### B.4.1 Trạng thái ổn định ban đầu và chu kỳ trước

Các bộ phận của nhiệt lượng kế cần ít phút để đạt được nhiệt độ đồng nhất sau khi vận hành bộ khuấy, trước khi đọc nhiệt độ tại các khoảng thời gian một phút. Chu kỳ đốt đầu tiên, chu kỳ trước, theo nguyên tắc bắt đầu ngay khi nhiệt lượng kế đạt được trạng thái ổn định theo giới hạn của tốc độ trượt nhiệt độ. Cho từng khoảng 1 min liên tiếp, tăng nhiệt độ từ từ đến khi chênh lệch không lớn hơn 0,002 K/min hoặc chênh lệch trung bình không vượt quá 0,001 K/min. Chu kỳ trước bằng 5 min (đọc 6 lần; tăng 5 lần) cần phải đủ để thiết lập giá trị bằng  $(dI/d\tau)_i = g$  tốc độ thay đổi ban đầu. Để tăng nhiệt độ,  $g$ , có giá trị dương ( $> 0$ ).

CHÚ THÍCH: Nhiệt độ nhiệt lượng kế bằng hàm của toàn bộ thời gian là tiệm cận của hàm số mũ đến  $t_{\infty}$ . Tuy nhiên trong suốt thời gian tăng nhiệt của chu kỳ 10 min hoặc ít hơn, đường cong là không đáng kể, trừ các trường hợp cột nhiệt vượt quá 5 K, khi kết hợp với giá trị lớn đối với hằng số riêng sẽ lớn hơn 0,005 /min.

Ngay khi cháy mỗi đốt, đọc số đọc cuối cùng của nhiệt độ của chu kỳ trước, xem 8.4.

#### B.4.2 Chu kỳ sau và thời gian của chu kỳ chính

Chu kỳ cuối (chu kỳ sau) bắt đầu khi toàn bộ các phần của nhiệt lượng kế đạt được nhiệt độ đồng đều sau khi đốt mẫu, tức là khi nhiệt lượng kế đạt được trạng thái ổn định mới theo tốc độ trượt nhiệt độ. Thời gian yêu cầu đối với toàn bộ lượng nhiệt thoát ra đồng đều là cơ sở hàm số của bộ khuấy mẫu và công suất bộ khuấy. Khoảng thời gian của chu kỳ chính sẽ được chọn sao cho đảm bảo cân bằng nhiệt độ, nhưng không có khả năng làm cho chu kỳ chính dài hơn.

Chu kỳ chính bắt đầu từ lần đọc cuối cùng nhiệt độ của chu kỳ trước và kết thúc cùng với sự bắt đầu của chu kỳ sau. Sau đó được xác định trong hàng loạt những phép thử hiệu chuẩn và tiến hành với tần suất chu kỳ 5 min, độ lệch trung bình của nhiệt độ tăng từ từ trong 1 min không lớn hơn 0,001 K/min. Giá trị trung bình khoảng thời gian đối với chu kỳ chính được xác định từ năm phép thử hiệu chuẩn, lấy chính xác đến một phút, để xác định thời gian của chu kỳ chính. Chu kỳ này sẽ không quá 10 min, và cũng không đánh giá những khoảng thời gian từ những phép thử riêng khác nhau hơn 2 min.

Độ dài của chu kỳ chính sẽ tương tự như khi hiệu chuẩn và trong những phép thử nhiên liệu. Khi  $\theta$  thay đổi trong dải rộng thì thích hợp để xác định thời gian của chu kỳ chính ở những giá trị rộng của  $\theta$ .

Thời gian của chu kỳ sau sẽ từ 5 min đến 7 min để xác định tốc độ thay đổi cuối,  $g_r$ , đủ đối với việc tính hiệu chỉnh thay đổi nhiệt  $\Delta t_{ex}$ . Để tăng nhiệt độ và thời gian, thì  $g_r$  phải có giá trị dương ( $> 0$ ).

### B.5 Tính sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh, $\theta$

#### B.5.1 Quy định chung

Sự tăng nhiệt độ quan sát được,  $(t_r - t_i)$ , là tổng của  $\theta$ , nhiệt độ thay đổi là do những quá trình trong bom đốt, và  $\Delta t_{ex}$ , sự đóng góp từ sự trao đổi nhiệt với bộ ổn nhiệt bao quanh (kể cả sự đóng góp từ công suất khuấy), các số đọc thời gian-nhiệt độ đã có từ chu kỳ trước, chính và sau gồm thông tin cần để đánh giá  $\Delta t_{ex}$  và do đó  $\theta$  được tính theo Công thức (B.5):

$$\theta = t_r - t_i - \Delta t_{ex} \quad (\text{B.5})$$

Tốc độ thay đổi,  $g_i$ , trong chu kỳ trước (tốc độ đầu) và  $g_r$  trong chu kỳ cuối (tốc độ cuối), tính bằng kenvin trên phút, lần lượt được tính theo Công thức (B.6) và (B.7):

$$g_i = \left( \frac{dt}{d\tau} \right)_i = G(t_\infty - t_{mi}) \quad (\text{B.6})$$

$$g_r = \left( \frac{dt}{d\tau} \right)_r = G(t_\infty - t_{mr}) \quad (\text{B.7})$$

trong đó

$t_{mr}$  là nhiệt độ trung bình trong chu kỳ sau, tính bằng độ Celsius;

$t_{mi}$  là nhiệt độ trung bình trong chu kỳ đầu, tính bằng độ Celsius.

## TCVN 200:2011

Sử dụng các giá trị tính được trong Công thức (B.6) và (B.7) để tính hằng số tốc độ riêng  $G$ , như nêu tại Công thức (B.8):

$$G = \frac{g_i - g_f}{t_{mf} - t_{mi}} \quad (\text{B.8})$$

Nhiệt độ có thể biểu thị bằng một số đơn vị khác. (Xem 9.6.1).

$g_i$  và  $g_f$  được đánh giá theo độ dốc tuyến tính bình phương nhỏ nhất phù hợp với giá trị thời gian nhiệt độ của chu kỳ trước và sau. Cách khác là được tính theo giá trị trung bình của các lần tăng nhiệt độ trong 1 min của các chu kỳ tăng nhiệt.

### B.5.2 Phương pháp Regnault-Pfaundler

Đối với các số đọc thời gian-nhiệt độ trong chu kỳ chính, tất cả được thực hiện tại những khoảng thời gian bằng nhau, ví dụ 1 min,  $\Delta t_{ex}$  có thể biểu thị như trong Công thức (B.9):

$$\Delta t_{ex} = G \int_{\tau_i}^{\tau_f} (t_m - t) d\tau = [g_f + G(t_{mf} - t_m)] \times (\tau_f - \tau_i) \quad (\text{B.9})$$

trong đó  $t_m$  nhiệt độ trung bình đồng nhất tính theo Công thức (B.10):

$$t_m = \frac{1}{n} \left[ \frac{t_o + t_n}{2} + \sum_{k=1}^{n-1} t_k \right] \quad (\text{B.10})$$

trong đó

$t_o (= t_i)$  là nhiệt độ ở chu kỳ chính;

$t_1, t_2, \dots, t_k, \dots, t_n$  là các số đọc nhiệt độ liên tiếp trong suốt chu kỳ chính,  $t_n (= t_f)$  là số đọc tại thời điểm cuối;

$\tau_i$  và  $\tau_f$  là thời gian đầu và cuối của chu kỳ chính.

### B.5.3 Phương pháp ngoại suy Dickinson

Phương pháp ngoại suy Dickinson, mục tiêu là tìm thời gian  $\tau_x$  theo Công thức (B.11):

$$g_f(\tau_x - \tau_i) + g_i(\tau_f - \tau_x) = G \int_{\tau_i}^{\tau_f} (t_m - t) d\tau = \Delta t_{ex} \quad (\text{B.11})$$

Điều này được hoàn thành khi các khu vực bao quanh  $a$  và  $b$  trong Hình B.1 có kích thước bằng nhau. Sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , được tính theo Công thức (B.12):

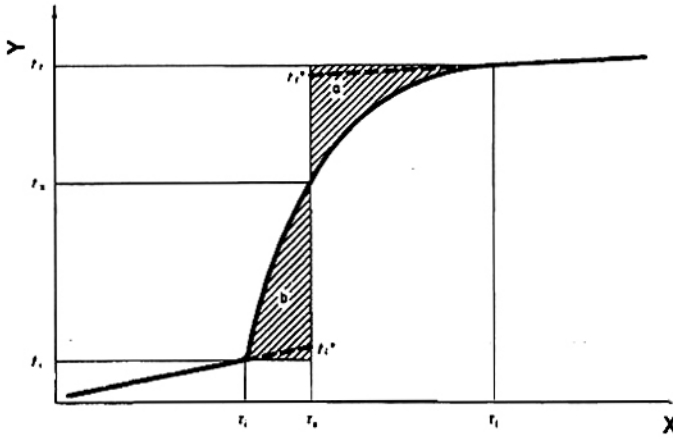
$$\theta = t_f - t_i - g_f(\tau_x - \tau_i) - g_i(\tau_f - \tau_x) = t_f^* - t_i^* \quad (\text{B.12})$$

trong đó

$g_i$  và  $g_r$  biểu thị, theo nguyên tắc, tốc độ thay đổi ở  $\tau_i$  và  $\tau_r$ ;

$t_i^*$  và  $t_r^*$  là nhiệt độ như trong Hình B.1.

Đối với phản ứng đốt, đường cong thời gian-nhiệt độ gần bằng hàm số mũ, nghĩa là  $\tau_x$  là thời gian liên quan với nhiệt độ, trong đó sự thay đổi nhiệt độ ( $\tau_x - \tau_i$ ) là 0,6 lần tăng nhiệt độ tổng (quan sát được) ( $t_r - t_i$ ). Lượng ( $\tau_x - \tau_i$ ) làm thay đổi động lực của phản ứng đốt của mẫu đang nghiên cứu.



CHÚ DẪN:  
X là thời gian,  $\tau$   
Y là nhiệt độ,  $t$

Hình B.1 – Phương pháp ngoại suy Dickinson

## Phụ lục C

(quy định)

### Bom nhiệt lượng kế tự động

#### C.1 Nhiệt lượng kế

Trong số các loại bom nhiệt lượng kế đốt tự động hoàn toàn, có những thiết bị đáp ứng được các yêu cầu cơ bản đó là loại nhiệt lượng kế tiêu chuẩn, cũng như những thiết bị xử lý nhiệt được mô tả theo kinh nghiệm. Loại thiết bị kiểu cũ thông thường ít đòi hỏi sự tương thích, ví dụ lượng nhiệt thoát ra khi hiệu chuẩn, và trong những phép thử nhiên liệu tương ứng để thu được những kết quả đáng tin cậy. Nhiệt dung hữu hiệu  $\varepsilon$  của nhiệt lượng kế tiêu chuẩn theo một quy tắc duy trì không đổi trong thời gian dài.

Không có lý do đặc biệt nào nói rằng thiết bị với nhiệt lượng kế tiêu chuẩn không thể đưa ra giá trị nhiệt lượng với độ chính xác yêu cầu, nhưng với điều kiện là độ lặp lại nằm trong giới hạn và người sử dụng biết về sự hạn chế trong việc lựa chọn những điều kiện vận hành. Thông thường nhiệt lượng kế loại này yêu cầu hiệu chuẩn thường xuyên hơn, trong một số trường hợp phải được hiệu chuẩn hàng ngày.

Áp khí kế (xem 6.1) là phù hợp đối với vận hành tự động, vì chúng không yêu cầu chia từng phần nước của nhiệt lượng kế, do đó cũng loại trừ sai lỗi do bay hơi, các hệ thống này thường là đoạn nhiệt hoặc hệ thống đoạn nhiệt tương tự có thể bằng loại đẳng nhiệt. Điều này đặc trưng bởi chúng có đặc tính nhiệt dung nhỏ, dẫn đến thay đổi lớn về nhiệt độ trong nhiệt lượng kế, do vậy dễ dàng tiến hành phép đo  $\theta$  bằng sự phân giải tương đối cao. Ngược lại, những giá trị lớn của  $\theta$  có thể tăng sai lỗi hệ thống, trong hệ thống đo áp khí khó đạt được nhiệt độ bề mặt nhiệt lượng kế đồng đều trong suốt thời gian đốt mẫu. Với biện pháp giới hạn khối lượng mẫu, phải đặc biệt chú ý đối với những mẫu nhỏ hơn sao cho chúng được lấy đại diện.

Trong một số trường hợp, những hệ thống nhiệt lượng kế ổn định xác định tốt thì cho phép thao tác kiểu động lực, ví dụ ngay trong một vài phút của chu kỳ chính, có thể đoán được kết quả cuối của phép thử trong giới hạn của  $\theta$ , mà không suy giảm độ chính xác của kết quả.

#### C.2 Hiệu chuẩn

Theo nguyên tắc nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , được xác định theo quy định tại Điều 9 và tham khảo thêm từ 9.2; 9.4 và 9.5.

Nhà sản xuất thiết bị có thể quy định những điều kiện của bom (tỷ lệ khối lượng mẫu với thể tích bom, nước ban đầu của bom, áp suất oxy) lệch đáng kể so với quy định trong 9.2.1. Khi những điều kiện của bom gây lên sự thay đổi năng lượng đốt chất hiệu chuẩn (axit benzoic) lớn hơn 5 J/g

(xem 9.2.2), thì phải có khả năng điều chỉnh giá trị đối với axit benzoic, tức là đưa vào giá trị đúng để tính  $\varepsilon$ .

Những khuyến cáo để loại trừ lượng nước ban đầu trong bom cần bỏ qua; xem 4.1. Tuy nhiên khối lượng có thể tương đối nhỏ, nhưng phải bằng nhau trong tất cả các phép thử.

Nhiệt độ chuẩn của các phép thử, tương đương với nhiệt độ cuối  $t_r$  của chu kỳ chính, cần giữ bằng nhau trong khoảng  $\pm 1$  K, trong tất cả các phép thử. Nếu cần có thể chọn trong khoảng  $\pm 10$  K từ 25 °C mà không ảnh hưởng đáng kể đến các giá trị khi xác định giá trị nhiệt năng; xem 3.1.8. Độ lệch vượt quá  $\pm 5$  K từ 25 °C cần phải viện dẫn cùng với kết quả thử.

CHÚ THÍCH: Theo nguyên tắc các số lượng phụ cho trong 9.6.1, 9.6.2 và 10.4.2 đạt được trạng thái và những phản ứng tại 25 °C.

Một số thiết bị dùng để hiệu chuẩn sử dụng các mẫu khác nhau bằng khoảng hệ số 2 theo khối lượng. Nếu áp dụng chính xác thì sẽ rất dễ dùng cho các phép đo nhiệt liệu tiếp theo. Việc thiết lập dải làm việc phù hợp đối với nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , là luôn luôn cần thiết; xem 9.3. Khi phạm vi giới hạn khối lượng của sự mất nhiệt là nhỏ, cần chú ý khi thực hiện tất cả các phép thử trong những giới hạn đó.

Đối với những thiết bị mà yêu cầu thường xuyên phải hiệu chuẩn, nhà chế tạo có thể phải cung cấp những viên axit benzoic có khối lượng thích hợp với giá trị năng lượng đốt. Theo quy định những viên này không được đánh giá là chất hiệu chuẩn (xem 5.5 và 9.2) nhưng thuận tiện cho việc sử dụng hàng ngày. Để kiểm tra hiệu chuẩn có thể bằng cách làm hàng loạt các phép đo trên viên mẫu axit benzoic được chứng nhận ở những khoảng thời gian đều đặn và khi sử dụng một lô mẫu mới của nhà sản xuất. Giá trị trung bình từ loạt đốt 5 mẫu, với khối lượng mẫu giống nhau, sẽ không chênh nhau  $\pm 50$  J/g so với giá trị được chứng nhận, tính lại khi thích hợp cho những điều kiện thực tế bom.

Một số thiết bị yêu cầu luyện/điều hòa trước bằng cách đốt mẫu trước khi thực hiện các kết quả ổn định. Phần lớn axit benzoic (đóng viên) hoặc chất trợ cháy (xem 8.1) có thể sử dụng cho các mục đích này. Phải bỏ qua các kết quả của điều kiện lần luyện này.

Việc đốt axit benzoic được chứng nhận là "chưa biết" nhìn chung là phương pháp thuận tiện nhất để kiểm tra nhiệt lượng kế (xem 9.3).

### C.3 Các yêu cầu độ chụm đối với hiệu chuẩn

Các giá trị  $\varepsilon$  dùng cho những phép thử hiệu chuẩn riêng cần được in hoặc trình bày sao cho chúng có thể ghi được theo phương pháp thủ công (tính bằng Jun trên Kelvin hoặc các đơn vị khác, cùng các đơn vị với  $\theta$ ). Nói chung, áp dụng các yêu cầu độ chụm đối với  $\varepsilon$  như nêu tại 9.7.



## TCVN 200:2011

Các hệ thống bù cho các thay đổi đáng kể bằng cách sử dụng giá trị trung bình của giá trị trung bình trước đó và giá trị đối với  $\varepsilon$  từ phép thử hiệu chuẩn cuối cùng bằng phép đo nhiệt dung hữu hiệu. Trong trường hợp đó, các giá trị cụ thể của  $\varepsilon$  dùng cho loạt các phép thử hiệu chuẩn không thể dùng để đánh giá các đặc tính độ chụm của các phép đo. Thay vào đó, một loạt các phép đo riêng sử dụng axit benzoic hợp chuẩn như mẫu thử được thực hiện trong suốt chu kỳ một ngày hoặc cả hai ngày. Đối với năm lần đốt axit benzoic, độ lệch tiêu chuẩn không quá 0,20 %. Giá trị trung bình sẽ chênh nhau không quá  $\pm 50$  J so với giá trị được chứng nhận; xem Điều C.2.

### C.4 Sự tương thích của các phép thử hiệu chuẩn và phép thử nhiên liệu

Áp dụng các điều kiện quy định từ 10.1 đến 10.3, cần tính đến sự đóng góp nhiệt từ sự cháy của môi đốt và/hoặc gần các phản ứng, cũng như từ quá trình tạo thành axit nitric; xem 9.6.1.

Trong quy trình tính các thiết bị tự động, thông thường không cho phép sử dụng chén nung với khối lượng và vật liệu quá khác nhau.

Trong những hệ thống đo khí áp hoặc những hệ thống làm việc trên cơ sở khối lượng-nước không đổi, các sai lỗi do không tính đến sự chênh lệch nhiệt dung của chén nung như cho trong Công thức (C.1):

$$(\theta \times \Delta C) / m_1 \quad (C.1)$$

trong đó

$\Delta C$  là chênh lệch nhiệt dung ( $m_{cr} \times c_{p,cr}$ ) của chén nung dùng để hiệu chuẩn và đốt nhiên liệu;

$m_1$  là khối lượng của nhiên liệu đốt.

Đối với nhiệt lượng kế làm việc trên cơ sở tổng khối lượng nhiệt lượng kế không đổi, các sai lỗi được đánh giá theo Công thức (C.2); xem 9.6.2:

$$|\theta \times \Delta m_{cr} \times c_{p,cr}| / m_1 \quad (C.2)$$

Đạt được sự cháy sạch là ưu tiên hàng đầu. Việc đạt được các điều kiện tối ưu hoá luôn luôn có giá trị.

### C.5 Tài liệu và in ra

Theo nguyên tắc đánh giá, giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi  $q_{v,gr}$ , đối với mẫu phân tích được đánh giá theo 10.4. Giá trị này được biểu thị bằng Jun trên gam hoặc những đơn vị khác.

Các thông tin được in ra hoặc ghi đối với từng phép thử riêng cho phép sử dụng để kiểm tra bắt đầu tính từ giá trị  $\theta$ ,  $\varepsilon$ , khối lượng mẫu, môi đốt và các chất trợ cháy. Các công thức sử dụng được nêu trong số tay hoặc phụ lục. Những số sử dụng trong phép tính sẽ được nhận biết rõ ràng và

các số này có thể làm thay đổi các chương trình bằng cách thay đổi quy trình, bao gồm thay đổi các giá trị bằng số dùng cho năng lượng đốt của các chất hiệu chuẩn trong phép thử hiệu chuẩn. Áp dụng sự hiệu chỉnh đối với năng lượng đốt, bên cạnh những phản ứng, v.v... sẽ được thống nhất rõ ràng.

Nhiệt độ chuẩn của phép thử được xác định chính xác đến 0,2 K.

#### **C.6 Yêu cầu độ chụm đối với các phép thử nhiên liệu**

Các yêu cầu độ chụm theo giới hạn độ lặp lại của kết quả của phép đo kép được nêu trong Điều 11.

## Phụ lục D

(tham khảo)

### Danh mục kiểm tra đối với thiết kế các phép thử và quy trình đốt

#### D.1 Giới thiệu

Phụ lục này gồm danh mục kiểm tra giúp cho việc điều chỉnh và tiến hành xác định giá trị toả nhiệt, bao gồm hiệu chuẩn các thiết bị, sử dụng loại nhiệt lượng kế quy định. Các công thức, giống như đã nêu tại phần nội dung chính của tiêu chuẩn, sẽ được nhắc lại cho rõ ràng.

Các điều kiện thử nghiệm chung, các điều kiện này thông thường được dùng cho tất cả các loại bom nhiệt lượng kế được quy định tại Điều D.2. Điều D.3 bao gồm các thông tin thích hợp áp dụng cho nhiệt lượng kế đoạn nhiệt, Điều D.4 áp dụng cho nhiệt lượng kế đẳng nhiệt và Điều D.5 đề cập đến các hệ thống bom đo nhiệt lượng tự động hoá cao. Các nhiệt lượng kế vô tính nhiệt có thể được xử lý bằng hệ thống đẳng nhiệt.

Cách tiến hành đo nhiệt lượng cơ bản được nêu trong Điều 8. Quy trình hiệu chuẩn được mô tả tại 9.5 và 9.6. Quy trình thử nghiệm và tính để đốt nhiên liệu được quy định trong các Điều từ 10.2 đến 10.4. Các thông tin bổ sung cần cho các loại nhiệt lượng kế đặc biệt được nêu như sau:

- Phụ lục A và Điều D.3 đối với nhiệt lượng kế đoạn nhiệt
- Phụ lục B và Điều D.4 đối với nhiệt lượng kế đẳng nhiệt hoặc vô tính nhiệt
- Phụ lục C và Điều D.5 đối với các loại nhiệt lượng kế khác

#### D.2 Chọn các thông số chung

##### D.2.1 Các điều kiện hiệu chuẩn

Cơ sở cho các điều kiện của các phép thử nhiên liệu như sau; xem 9.2.2 và 9.3 đối với yêu cầu hiệu chuẩn chung:

- Thể tích bom,  $V_{bom}$ , tính bằng lít
- Khối lượng axit benzoic,  $m_{bs}$ , tính bằng gam
- Khối lượng nước bom,  $m_{nq}$ , tính bằng gam;  $V_{nq}$ , tính bằng mililit, có thể thay cho  $m_{nq}$ ;
- Áp suất ban đầu của oxy,  $p_o$ , tính bằng Megapascal;
- Nhiệt độ so sánh,  $t_{ref}$ , tính bằng độ Celsius.

### D.2.2 Tính giá trị điều kiện bom của axit benzoic

Sử dụng giá trị này trong các phép tính nhiệt dung hữu hiệu của nhiệt lượng kế  $\varepsilon$ . Tham khảo chứng chỉ cụ thể của axit benzoic, xem thêm 9.6.1 và 9.6.2.

### D.2.3 Giá trị theo chứng chỉ của axit benzoic, tính bằng Jun trên gam

CHÚ THÍCH: Xem 9.2.1.

- $(m_{ba}/V_{bom})$ , bằng 3,0 g/L, tính bằng gam trên lít
- $(V_{aq}/V_{bom})$ , bằng 3,0 mL, tính bằng gam trên lít
- $p_O$ , bằng 3,0 MPa, tính bằng Megapascals
- $t_{ref}$ , bằng 25 °C tính bằng độ Celsius; xem 8.7;
- Điều chỉnh đến giá trị chứng nhận, tính bằng Jun trên gam, theo công thức trong chứng chỉ.

Đường cong  $q_{V,ba}$ , tính bằng Jun trên gam.

### D.2.4 Lượng nước của nhiệt lượng kế

CHÚ THÍCH: Xem 8.1 và chú thích trong 8.3; không liên quan đến hệ thống đo khí áp.

Lượng nước của nhiệt lượng kế được xác định bằng một trong hai cách sau

- a) Cơ sở khối lượng nước không đổi của nhiệt lượng kế, ví dụ khối lượng nước của nhiệt kế, tính bằng gam; xem 8.3; 9.6.1; 10.4.2; hoặc cách khác
- b) Cơ sở tổng khối lượng của nhiệt lượng kế không đổi, ví dụ khối lượng của (nhiệt lượng kế + nước + bom lắp ráp), tính bằng gam; xem 8.3; 9.6.2; 10.4.3.

### D.2.5 Các thông số bổ sung

Cần cân nhắc các thông số bổ sung sau:

- Dây mồi đốt (mồi cháy),  $l_{wire}$ , tính bằng centimet, hoặc,  $Q_{ign}$  không đổi, tính bằng Jun, xem 9.4, 9.6.1;

- Mồi cháy,  $m_{fuse}$ , tính bằng gam, hoặc  $Q_{fuse}$  không đổi, tính bằng Jun, xem 9.4, 9.6.1.

Phải quyết định cần hoặc không cần xác định hiệu chỉnh,  $Q_{Nv}$ , đối với axit nitric, bằng cách phân tích từng phép thử riêng hoặc theo giá trị không đổi trên gam (không cần giống như đối với chất hiệu chuẩn cho các phép thử nhiên liệu) hoặc giá trị mỗi phép thử; xem 9.4, 10.1.

### D.3 Nhiệt lượng kế đoạn nhiệt

#### D.3.1 Xác định sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh, $\theta$

Để xác định sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , tiến hành các điều chỉnh cần thiết để đạt được các điều kiện đoạn nhiệt; xem A.3.1, A.3.2.

Những ước lượng nhiệt dung của hệ thống và, từ việc chọn khối lượng của mẫu, dự đoán về sự tăng nhiệt độ,  $\Delta t$ , để xác định nhiệt độ ban đầu ( $t_{ref} - \Delta t$ ).

Xác định những điều kiện cho trạng thái ban đầu; xem Điều A.4.

Tiến hành hàng loạt các phép thử để xác định thời gian của chu kỳ chỉnh; xem 8.2 đến 8.5, 9.5 và Điều A.4.

Từ các phép đo thời gian-nhiệt độ ( $\tau_k$ ,  $t_k$ ) đối với thiết bị đốt axit benzoic, tính sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , bằng phép thử riêng theo Công thức (D.1); xem Điều A.5.

$$\theta = t_f - t_i \quad (D.1)$$

Đối với sự thay đổi đáng kể (nhưng có giới hạn) ở cuối của chu kỳ chỉnh,  $\theta$  lấy được từ Điều A.5 như trong Công thức (D.2).

$$\theta = t_f - t_i - g_f \times (\Delta \tau - 1) \quad (D.2)$$

#### D.3.2 Đánh giá nhiệt dung hữu hiệu

Tính nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , bằng các phép thử riêng.

Bằng cách chọn D.2.4 a), tính,  $\varepsilon$ , trên cơ sở khối lượng nước của nhiệt lượng kế không đổi theo Công thức (D.3); xem 9.6.1.

$$\varepsilon = \frac{m_{ba} \times q_{V,ba} + Q_{fuse} + Q_{ign} + Q_N}{\theta} \quad (D.3)$$

Bằng cách chọn D.2.4 b), tính  $\varepsilon_0$ , trên cơ sở tổng khối lượng của nhiệt lượng kế không đổi theo Công thức (D.4); xem 9.6.2.

$$\varepsilon_0 = \varepsilon + m_{cr} \times c_{p,eq} \quad (D.4)$$

trong đó

$\varepsilon$ , bằng  $\varepsilon$ , xác định như trên;

$m_{cr}$  là khối lượng của chén sứ dụng trong phép thử hiệu chuẩn cụ thể; xem chú thích tại 9.6.2.

Tính giá trị trung bình  $\varepsilon_n$  hoặc  $\varepsilon_{0,n}$  và đảm bảo phù hợp các yêu cầu về độ chụm; xem 9.7.

Hiệu chuẩn hệ thống và cài đặt các thông số toả nhiệt chính cho các phép đo đốt mẫu nhiên liệu tiếp theo

Các đại lượng phụ trợ cần dùng cho các phép tính được nêu tại 9.6.1.

### D.3.3 Giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi

Tính giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi,  $q_{v,gr}$ , tiến hành đốt nhiên liệu theo hướng dẫn tại 10.2 và 10.3.  $\theta$  được tính theo cách giống như đối với hiệu chuẩn.

Bằng cách khác D.2.4 a), nhiệt lượng kế được vận hành trên cơ sở khối lượng nước không đổi của nhiệt lượng kế, tính giá trị toả nhiệt theo Công thức (D.5); xem 10.4.2:

$$q_{v,gr} = \frac{\varepsilon_n \times \theta - Q_{fuse} - Q_{ign} - Q_N - m_2 \times q_{v,2}}{m_1} - \frac{Q_S}{m_1} \quad (D.5)$$

Bằng cách khác D.2.4 b), nhiệt lượng kế được vận hành trên cơ sở tổng khối lượng nhiệt lượng kế không đổi, tính giá trị toả nhiệt theo Công thức (D.6); xem 10.4.3:

$$q_{v,gr} = \frac{\varepsilon_n \times \theta - Q_{fuse} - Q_{ign} - Q_N - m_2 \times q_{v,2}}{m_1} - \frac{Q_S}{m_1} \quad (D.6)$$

trong đó

$\varepsilon_n$  được lấy từ  $\varepsilon_n = \varepsilon_{O,n} - m_{cr} \times C_{p,aq}$ ;

$m_{cr}$  là khối lượng của chén nung trong phép thử cụ thể, tính bằng gam.

Luôn luôn dùng chén nung phù hợp nhất cho mẫu cụ thể để nghiên cứu.

Các đại lượng phụ cần cho các phép tính được nêu tại 9.6.1 và 10.4.2.

## D.4 Nhiệt lượng kế đẳng nhiệt

### D.4.1 Xác định sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh

#### D.4.1.1 Quy định chung

Đối với phép xác định sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , cần đặt nhiệt độ vô điều nhiệt với giá trị đã chọn cho các phép thử; xem Điều B.3.

Ước lượng nhiệt dung của hệ thống và, từ đó chọn khối lượng mẫu, dự đoán tăng nhiệt độ có thể xảy ra,  $\Delta t$ , để xác định nhiệt độ bắt đầu, ( $t_{ref} - \Delta t$ ).

Nghiên cứu các điều kiện dùng cho trạng thái ban đầu và quyết định chọn thời gian của chu kỳ trước hoặc chu kỳ đầu; xem B.4.1.

Thực hiện một chuỗi các phép thử để xác định thời gian của chu kỳ chính; xem B.4.2, 8.2 đến 8.5 và 9.5.

Từ việc đo thời gian – nhiệt độ ( $\tau_k, t_k$ ) cho việc đốt axit benzoic, tính sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh  $\theta$  cho các phép thử cụ thể, theo phương pháp Regnault-Pfaundler hoặc phương pháp Dickinson.

#### D.4.1.2 Phương pháp Regnault-Pfaundler

CHÚ THÍCH: Xem B.5.1 và B.5.2.

## TCVN 200:2011

Xác định tốc độ thay đổi  $g_i$  và  $g_f$  và nhiệt độ trung bình  $t_{m_i}$  và  $t_{m_f}$  của chu kỳ và tính tốc độ không đổi  $G$  quy định theo Công thức (D.7):

$$G = \frac{g_i - g_f}{t_{m_f} - t_{m_i}} \quad (D.7)$$

Sau đó tính  $t_m$ , nhiệt độ trung bình nghiên cứu và  $\Delta t_{ex}$ , đốt từ sự trao đổi nhiệt theo Công thức (D.8) và (D.9):

$$t_m = \frac{1}{n} \times \left[ \frac{t_o + t_n}{2} + \sum_{k=1}^{n-1} t_k \right] \quad (D.8)$$

$$\Delta t_{ex} = G \int_{t_i}^{t_f} (t_o - t) d\tau = [g_f + G \times (t_{m_f} - t_m)] \times (\tau_f - \tau_i) \quad (D.9)$$

Cuối cùng tính  $\theta$  từ Công thức (D.10):

$$\theta = t_f - t_i - \Delta t_{ex} \quad (D.10)$$

### D.4.1.3 Phương pháp ngoại suy Dickinson

CHÚ THÍCH: Xem B.5.1 và B.5.3.

Vẽ đồ thị các giá trị của thời gian – nhiệt độ ( $\tau_k, t_k$ ) giá trị của chu kỳ chính và xác định thời gian cho  $t_i + 0,6 \times (t_f - t_i)$ . Thời gian lấy bằng  $\tau_x$ . Xác định tốc độ thay đổi, ví dụ độ dốc của chu kỳ, sử dụng Công thức (D.11) và (D.12):

$$g_i = (dt/d\tau)_i \quad (D.11)$$

$$g_f = (dt/d\tau)_f \quad (D.12)$$

Sau đó tính  $\theta$  từ Công thức (D.13)

$$\theta = t_f - t_i - g_i(\tau_x - \tau_i) - g_f(\tau_f - \tau_x) \quad (D.13)$$

CHÚ THÍCH: Thời gian ngoại suy  $\tau_x$  cho các phép thử nhiên liệu khác với thời gian tiến hành hiệu chuẩn.

### D.4.2 Ước lượng nhiệt dung hữu hiệu

Tính nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , cho từng phép thử riêng sử dụng công thức thích hợp [chọn D.2.4 a) hoặc D.2.4 b)] như cho trong D.3.2.

Tính giá trị trung bình  $\varepsilon_n$  hoặc  $\varepsilon_{o,n}$ , và phải đảm bảo phù hợp các yêu cầu về độ chụm; (xem 9.7).

Hiệu chuẩn hệ thống và đặt các thông số toả nhiệt chính cho các phép đo đốt mẫu nhiên liệu tiếp theo.

### D.4.3 Giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi

Đối với giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi,  $q_{v,gr}$ , tiến hành đốt nhiên liệu theo hướng dẫn trong 10.2 và 10.3.  $\theta$  được tính theo cách cách giống như hiệu chuẩn.

Tính giá trị toả nhiệt, sử dụng công thức thích hợp [chọn D.2.4 a) hoặc D.2.4 b)] đã nêu tại D.3.3.

#### **D.5 Bom nhiệt lượng kế tự động**

Vận hành nhiệt lượng kế theo hướng dẫn. Tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , mà thông thường được tính bằng hệ thống tự động.

Phải đảm bảo sử dụng đúng giá trị năng lượng đốt của chất hiệu chuẩn dưới các điều kiện của bom đã sử dụng (Điều D.2) trong việc đánh giá hằng số hiệu chuẩn.

Phải đảm bảo phù hợp với các yêu cầu về độ chụm. Nếu cần, kiểm tra hệ thống bằng cách đốt mẫu chuẩn than hoặc axit benzoic, đặt các giới hạn tuân thủ theo nhà sản xuất về lượng mẫu đốt.

Xác định dải làm việc phù hợp đối với các phép đo tiếp theo.

Tiến hành kiểm tra các phép tính liên quan đến dây môi đốt và hiệu chỉnh axit nitric. Nếu không thì hiệu chỉnh axit sulfuric theo lưu huỳnh dioxit,  $Q_S/m_1$ , chú ý đến hệ thống, sử dụng giá trị cho trong 10.4.2.



## Phụ lục E

(tham khảo)

## Một số ví dụ về các phép tính sử dụng trong tiêu chuẩn

## E.1 Giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi

## E.1.1 Nhiệt lượng kế đẳng nhiệt

## E.1.1.1 Các thông số từ phép thử hiệu chuẩn:

Mục	$\tau$ min	$t$ °C	$\tau$ min	$t$ °C
$m_{ba} = 0,937\ 2\ \text{g}$	0	22,384\ 3	11	24,879\ 1
$m_{fuse} = 0,003\ 4\ \text{g}$	1	22,390\ 7	12	24,883\ 0
	2	22,396\ 7	13	24,884\ 6
	3	22,402\ 8	14	24,885\ 5
	4	22,409\ 2	15	24,886\ 0
Phần nạp đã cháy ở 5,0 min.	5	22,415\ 1	16	24,886\ 7
	5,5	22,828\ 8	17	24,887\ 2
5,95 mL dung dịch natri hydroxit [ $c(\text{NaOH}) = 0,1\ \text{mol/L}$ ] dùng để chuẩn độ axit nitric.	6	23,655\ 7	18	24,887\ 8
	6,5	24,222\ 0	19	24,888\ 3
$Q_{fuse} = 60\ \text{J}$	7	24,496\ 2	20	24,889\ 0
$Q_{ign} = 0\ \text{J}$	8	24,748\ 8	21	24,889\ 7
$Q_N = 35,7\ \text{J}$	9	24,842\ 4	22	24,890\ 4
$q_{V,ba} = 26465\ \text{J/g}$	10	24,868\ 9	23	24,891\ 1

## E.1.1.2 Tính sự tăng nhiệt độ đã hiệu chỉnh

Để tính sự tăng nhiệt độ hiệu chỉnh,  $\theta$ , trong trường hợp này, chu kỳ đầu và cuối là từ 0 min đến 5 min và từ 15 min đến 23 min. Do đó, chu kỳ chính bắt đầu ở 5,0 min và kết thúc ở 15,0 min. Toạ độ vuông phù hợp với tốc độ chu kỳ đầu và chu kỳ cuối, lần lượt tạo thành các giá trị sau: xem B.5.1:

$$g_i = 0,006\ 16\ \text{K/min} \quad t_{mi} = 22,399\ 8\ \text{°C (ở 2,5 min)} \quad t_i = 22,415\ 2\ \text{°C (ở 5 min)}$$

$$g_f = 0,000\ 63\ \text{K/min} \quad t_{mf} = 24,888\ 5\ \text{°C (ở 19 min)} \quad t_f = 24,886\ 0\ \text{°C (ở 15 min)}$$

Từ các giá trị này tính G hằng số tốc độ riêng theo Công thức (E.1) (xem B.5.1):

$$G = 2,22 \times 10^{-3}\ \text{min}^{-1} \quad (\text{E.1})$$

Tiếp theo,  $t_m$  được tính cho phép tính Regnault-Pfaundler,  $\Delta t_{ex}$ , (xem B.5.2) như nêu tại Công thức (E.2):

$$t_m = 24,579 \text{ 5 } ^\circ\text{C} \quad (\text{E.2})$$

Thay  $t_m$  vào Công thức (B.9) với các giá trị  $g_t$ ,  $t_{mf}$  và  $G$ , cho phép tham gia vào sự trao đổi nhiệt xác định được như trong Công thức (E.3):

$$\Delta t_{ex} = 0,013 \text{ 2 } \text{K} \quad (\text{E.3})$$

Sau đó giá trị,  $\theta$ , sẽ như trong Công thức (E.4):

$$\theta = t_f - t_i - \Delta t_{ex} = (24,886 \text{ 0} - 22,415 \text{ 2} - 0,013 \text{ 2}) \text{K} = 2,457 \text{ 6 } \text{K} \quad (\text{E.4})$$

Thay vào đó, nếu sử dụng phương pháp ngoại suy Dickinson (xem B.5.3), thì thời gian đối với nhiệt độ  $[t_i + 0,6 \times (t_f - t_i)] = 23,898 \text{ } ^\circ\text{C}$  là giá trị ước lượng từ đồ thị thời gian-nhiệt độ, sau đó  $\tau_x$  bằng 6,25 min; thay giá trị vào công thức để tính  $\Delta t_{ex}$  cho kết quả trong Công thức (E.5):

$$\Delta t_{ex} = g_t \times (\tau_x - \tau_i) + g_f \times (\tau_f - \tau_x) = 0,013 \text{ 2 } \text{K} \quad (\text{E.5})$$

Phù hợp với  $\Delta t_{ex}$  từ các phép tính Regnault-Pfaundler

#### E.1.1.3 Tính nhiệt dung hữu hiệu

Nhiệt dung hữu hiệu,  $\varepsilon$ , được lấy từ sự thay đổi năng lượng tổng của quá trình bom bao gồm  $(0,937 \text{ 2} \times 26 \text{ 465} + 60 + 35,7)$  lấy bằng  $\theta (2,457 \text{ 6})$ , ví dụ  $\varepsilon = 10 \text{ 131 } \text{J/K}$ .

#### E.1.1.4 Tính giá trị toả nhiệt toàn phần

Để tính giá trị toả nhiệt toàn phần,  $q_{v,gr}$ , từ việc đốt một gam mẫu than và hiệu chỉnh axit nitric được thiết lập từ phép đo trước là giá trị không đổi, các thông số của phép thử như sau:

$$\begin{aligned} m_1 &= 1,043 \text{ 4 } \text{g} & Q_{ign} &= 0 \\ m_{fuse} &= 0,003 \text{ 2 } \text{g} & Q_{fuse} &= 56 \text{ J} \\ \theta &= 2,586 \text{ 9 } \text{K} & Q_N &= 39 \text{ J} \end{aligned}$$

Năng lượng đốt của mẫu than nhận được từ  $(\varepsilon_n \times \theta)$  trừ đi năng lượng đốt của mồi đốt và năng lượng tạo thành từ axit nitric, tức là bằng  $(56 + 39) \text{ J}$ , chia cho khối lượng của mẫu than  $m_1$ , do đó

$$[(10131 \times 2,5869 - 56 - 39) / 1,0434] = 25027 \text{ J/g}$$

trong đó  $\varepsilon$  được sử dụng như  $\varepsilon_n$ .

Hàm lượng lưu huỳnh của mẫu phân tích là 0,34 % khối lượng. Phải tính đến hiệu chỉnh đối với phản ứng từ axit sulfuric lỏng tạo thành khí lưu huỳnh dioxide là  $0,34 \times 94,1 = 32 \text{ J/g}$ , trừ đi  $25 \text{ 027 } \text{J/g}$ , sinh ra  $24 \text{ 995 } \text{J/g}$  là giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi đối với mẫu phân tích,  $q_{v,gr}$ .

## TCVN 200:2011

Tổng hàm lượng ẩm có trong than là 9,6 % khối lượng; hàm lượng ẩm của mẫu phân tích là 1,79 % khối lượng. Đối với mẫu khô, giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi,  $q_{V,gr,d}$ , được tính như sau:

$$q_{V,gr,d} = (24\,995 / 0,982\,1) \text{ J/g} = 25\,451 \text{ J/g hoặc } 25,45 \text{ MJ/kg}$$

Đối với than nguyên khai

$$q_{V,gr,m} = (25\,451 \times 0,904) \text{ J/g} = 23\,007 \text{ J/g hoặc } 23,01 \text{ MJ/kg.}$$

### E.1.1.5 Nhiệt lượng kế đoạn nhiệt

Đối với nhiệt lượng kế đoạn nhiệt, các phép tính giống như đối với trạng thái tự nhiên, trừ trường hợp  $\theta$  bằng  $t_f - t_i$  (xem Điều A.5), hoặc nếu thay đổi chu kỳ sau phải hiệu chỉnh như sau:

$$\theta = t_f - t_i - g_f \times (\Delta\tau - 1)$$

trong đó  $\Delta\tau$  tính bằng min.

### E.1.2 Cơ sở tổng khối lượng nhiệt lượng kế không đổi

Các ví dụ nêu trong E.1.1 áp dụng trên cơ sở khối lượng nước của nhiệt lượng kế không đổi. Chỉ khác là, khi áp dụng trên cơ sở tổng khối lượng nhiệt lượng kế không đổi, thì sự chênh lệch của khối lượng chén nung phải được tính đến. Nếu sử dụng chén nung platin 5,43 g để hiệu chuẩn và sử dụng chén nung bằng thép không gỉ 9,86 g để đốt nhiên liệu thì

$$\varepsilon_0 = (10\,131 + 5,43 \times 4,18) \text{ J/K} = 10\,154 \text{ J/K.}$$

Trong phép tính giá trị toả nhiệt, giá trị  $\varepsilon_0$  sẽ là

$$\varepsilon_{0,n} = 9,86 \times 4,18 \text{ J/K} = 10\,113 \text{ J/K}$$

trong đó sử dụng  $\varepsilon_0$  bằng  $\varepsilon_{0,n}$

## E.2 Giá trị toả nhiệt toàn phần ở áp suất không đổi

Nếu đốt nhiên liệu trong oxy tại áp suất không đổi, thay cho thể tích không đổi trong bom, thể tích của hệ thống sẽ thay đổi. Hydro trong nhiên liệu phản ứng với khí oxy tạo ra nước, gây giảm thể tích của hệ thống. Khi nhiên liệu cacbon phản ứng với oxy, tạo ra một thể tích bằng với khí cacbon đioxit sinh ra, do đó không thay đổi thể tích trong khi đốt cacbon. Cả oxy và nitơ trong nhiên liệu đều làm tăng thể tích. Sự thay đổi thể tích của pha khí đối với phản ứng đốt được biểu thị là

$$\Delta n_g = 0,01 \times \left[ -\frac{0,5 \times W_H}{2,016} + \frac{W_C}{31,999} + \frac{W_N}{28,013} \right] \text{ mol trên gam mẫu}$$

trong đó  $w_H$ ,  $w_O$  và  $w_N$  là tổng phần trăm của hydro, oxy và nitơ, trong hợp chất than ở trạng thái quy định để chuyển đổi từ giá trị toả nhiệt ở thể tích không đổi sang giá trị toả nhiệt ở áp suất không đổi.

Giá trị  $\Delta n_g$  là tích của  $RT$  được giải thích sự thay đổi thể tích liên quan đến sự thay đổi năng lượng. Trong trường hợp này,  $T$  là nhiệt độ chuẩn đối với giá trị toả nhiệt, tức là 298,15 K (25 °C),  $R$  là hằng số khí chung, bằng 8,315 J/mol K.

Để thuận tiện, các giá trị ở trạng thái khô được dùng để thể hiện sự liên quan giữa giá trị toả nhiệt toàn phần ở áp suất không đổi và ở thể tích không đổi.

$$q_{p,gr,d} = q_{v,gr,d} + [6,15 \times w_{H,d} - 0,8 \times (w_{O,d} + w_{N,d})] \text{ J/g}$$

trong đó  $w_{H,d}$ ,  $w_{O,d}$ , và  $w_{N,d}$  tương tự trong 12.2.  $w_H$ ,  $w_O$  và  $w_N$  không bao gồm sự đóng góp từ các khoáng chất của mẫu nhiên liệu. Độ không đảm bảo sinh ra do sự thay thế  $w_{H,d}$ ,  $w_{O,d}$ , và  $w_{N,d}$ , tuy nhiên là không đáng kể. Hệ số  $w_{N,d}$ , bằng 0,9 nhưng có thể lấy giống như đối với oxy vì chênh lệch rất nhỏ.

### E.3 Giá trị toả nhiệt thực

#### E.3.1 Giá trị toả nhiệt thực ở thể tích không đổi

Năng lượng của sự bay hơi ở thể tích không đổi đối với nước ở 25 °C là 41,53 kJ/mol. Tương đương với 206,0 J/g đối với 1 % khối lượng hydro trong mẫu nhiên liệu hoặc 23,05 J/g đối với 1 % khối lượng hàm lượng ẩm.

Giá trị toả nhiệt thực ở thể tích không đổi,  $q_{v,net}$ , được lấy từ giá trị toả nhiệt toàn phần tương ứng, ví dụ:

$$q_{v,net,d} = q_{v,gr,d} - 206,0 \times w_{H,d}$$

trong đó  $w_{H,d}$  là phần trăm khối lượng hydro trong nhiên liệu không ẩm; xem 12.2.

Đối với tổng hàm lượng ẩm yêu cầu,  $M_T$ , giá trị toả nhiệt thực được tính từ Công thức (E.6):

$$q_{v,net,m} = (q_{v,gr,d} + 206,0 \times w_{H,d}) \times (1 - 0,01 \times M_T) - 23,05 \times M_T \quad (\text{E.6})$$

#### E.3.2 Giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi

Entanpi của sự bay hơi (áp suất không đổi) đối với nước ở 25 °C là 44,01 kJ/mol. Tương đương với 218,3 J/g đối với 1 % khối lượng của hydro trong mẫu nhiên liệu hoặc 24,43 J/g đối với 1 % khối lượng của hàm lượng ẩm.

Giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi đối với mẫu khô được lấy từ giá trị tại thể tích không đổi theo Công thức (E.7):

$$q_{p,net,d} = q_{v,gr,d} + 6,15 \times w_{H,d} - 0,8 \times (w_{O,d} + w_{N,d}) - 218,3 \times w_{H,d}$$

## TCVN 200:2011

$$= q_{v,gr,d} - 212,2 \times w_{H,d} - 0,8 \times (w_{O,d} + w_{N,d}) \quad (E.7)$$

Đối với tổng hàm lượng ẩm yêu cầu,  $M_T$ , giá trị toả nhiệt thực ở áp suất không đổi được tính từ Công thức (E.8):

$$q_{p,net,m} = [q_{v,gr,d} + 212,2 \times w_{H,d} - 0,8 \times (w_{O,d} + w_{N,d})] \times (1 - 0,01 \times M_T) - 24,43 \times M_T \quad (E.8)$$

### E.3.3 Sử dụng cách ước lượng đối với hàm lượng hydro

Mặc dù giá trị của phép thử là thích hợp, hàm lượng hydro đối với phần lớn các loại than có bitum có thể được ước lượng với độ chính xác hợp lý. Có nhiều công thức khác nhau trong các tài liệu. Trong số đó có công thức Seyler (chỉ có giá trị khi tính hàm lượng hydro bằng hoặc lớn hơn 3 % khối lượng) như trong Công thức (E.9):

$$w_H = 0,07 \times w_V + 0,000165 \times q_{v,gr,m} - 0,0285 \times (100 - M_T - w_A) \quad (E.9)$$

trong đó

$w_H$  là hàm lượng hydro trong mẫu ít hơn hydro có trong hàm lượng ẩm, tính bằng phần trăm khối lượng;

$w_V$  là hàm lượng chất bốc của mẫu với hàm lượng ẩm,  $M_T$ , tính bằng phần trăm khối lượng;

$w_A$  là hàm lượng tro của mẫu với hàm lượng ẩm  $M_T$ , tính bằng phần trăm khối lượng;

$q_{v,gr,m}$  là giá trị toả nhiệt toàn phần ở thể tích không đổi của mẫu với hàm lượng ẩm  $M_T$ , tính bằng Jun trên gam.

Riêng công thức này cho các kết quả phù hợp với các giá trị xác định bằng thử nghiệm trong chương trình thử nghiệm chéo của quốc tế thực hiện năm 1989 trong phạm vi Ban kỹ thuật ISO/TC27.

Hàm lượng hydro của mẫu khô được tính từ Công thức (E.10):

$$w_{H,d} = w_H \times [100 / (100 - M_T)] \quad (E.10)$$

**Phụ lục F**

(tham khảo)

**Sử dụng an toàn, bảo dưỡng và thử nghiệm bom nhiệt lượng kế****F.1 Giới thiệu**

Phụ lục này cung cấp các thông tin hướng dẫn sử dụng an toàn, bảo dưỡng và thử nghiệm bom nhiệt lượng kế.

**F.2 Tiến hành thử kiểm định (phép thử áp suất)****F.2.1 Các yêu cầu**

Khi tiến hành thử theo F.2.2, bom nhiệt lượng không được có các dấu hiệu rò rỉ có thể nhìn thấy được. Vòng đai được lắp và tháo nhẹ nhàng và không thể hiện các dấu hiệu nghi ngờ.

Khi tiến hành thử theo F.2.3 và F.2.4, việc đưa vào và tháo áp suất ra không gây cho thân bom hoặc vòng đai sự biến dạng cố định, cho phép dung sai bằng 0,02 mm đối với sự tăng đường kính của thân bom hoặc tăng chiều cao của vòng đai có tính đến độ không đảm bảo đo xác định.

**F.2.2 Qui định chung**

Cho bom thử chịu áp suất trong theo khuyến cáo của nhà sản xuất và duy trì áp suất này trong 10 min. Nếu van cấp oxy là loại tự đóng, thì tháo van ra khi tiến hành phép thử này.

**F.2.3 Đo đường kính thân bom**

Tiến hành đo đường kính thân bom tại ít nhất tám vị trí cách đều nhau. Kiểm tra các số đọc cẩn thận và liên tục đọc các số đọc trên que định vị khi bắt đầu đo và trong suốt các phép đo.

Để đảm bảo các số đo trên thân bom và vòng đai đạt chính xác cần thiết, chú ý các bề mặt ngoài của bom được bảo vệ, tránh bị hư hỏng trong suốt thì gian thực hiện.

**F.2.4 Đo chiều cao vòng đai**

Đặt mặt nhỏ phía dưới vòng đai trên mặt đo, tám thử bề mặt phải phù hợp các yêu cầu loại 1, qui định tại BS 817:2008, xác định chiều cao tại ít nhất tám vị trí, bốn vị trí dọc theo từng một trong hai đường kính tại góc 90° và được định vị căng sát các đường chu vi ngoài và chu vi trong của mặt khuyên trên càng tốt. Kiểm tra kỹ các số đọc và liên tục dùng vật dưỡng hoặc các tấm định vị độ chính xác tại các bước đầu tiên và sau của phép thử kiểm chứng.

## TCVN 200:2011

### F.3 Phép thử rò khí

#### F.3.1 Các yêu cầu

Tiến hành thử bom theo F.3.2 và trong quá trình thử không xuất hiện các bọt bong bóng có thể cho là rò rỉ.

#### F.3.2 Phép thử

Nếu các yêu cầu tại F.2.1 được thỏa mãn, thì từng bom nhiệt lượng được tiến hành thử rò khí, sử dụng không khí hoặc oxy với áp suất bằng 4 MPa. Khi bom đang chịu áp suất này, lấy bom ra khỏi nguồn cấp khí và ngâm chìm trong bể nước lạnh trong vòng 10 min.

Chú ý phân biệt khí thoát ra từ các khoảng trống của các bộ phận bên trong với sự rò rỉ. Nếu nghi ngờ có sự rò rỉ, xi hơi trong bom ra, kiểm tra các vùng nghi ngờ và siết chặt hoặc thay các gioăng nếu cần và tiến hành thử lại.

### F.4 Bảo vệ an, kiểm tra lại định kỳ, đại tu, và thử lại

**CẢNH BÁO:** Bom nhiệt lượng là bình áp suất cao và phải luôn luôn được bảo quản cẩn thận tránh làm hư hỏng.

Áp dụng các điều sau:

a) Mỗi bom nhiệt lượng được đánh dấu rõ ràng trên nắp, vòng đai và đế của thân bom bằng mã nhận dạng.

Nếu sử dụng cách in sâu (khắc) hoặc đóng dấu vào thân bom, thì chỉ hạn chế trong vùng có chữ "a" như thể hiện trên Hình F.1 và phải nằm hoàn toàn trong phạm vi chiều dày đế và vòng đai.

Có thể cho phép khắc dấu bằng điện. Ngoài ra có thể sử dụng cách mã-màu các bộ phận của bom như một cách nhận dạng bổ sung.

Mỗi bom có một chứng chỉ do cơ quan thử nghiệm cấp, trên chứng chỉ gồm các thông tin sau:

- 1) mã hiệu nhận dạng được sử dụng, có thể khắc, đóng hoặc in/khắc bằng điện;
- 2) áp suất thử lớn nhất theo hướng dẫn của nhà sản xuất;
- 3) ngày thực hiện phép thử áp suất và tên cơ quan thử nghiệm;
- 4) sự phù hợp hoặc không phù hợp với tiêu chuẩn này.

Một số mẫu thử mà giải phóng clo có nghĩa là thép bom bị ăn mòn. Khuyến cáo người sử dụng nên kiểm tra trước các phản ứng tương tự để tránh xảy ra rủi ro khi sử dụng.

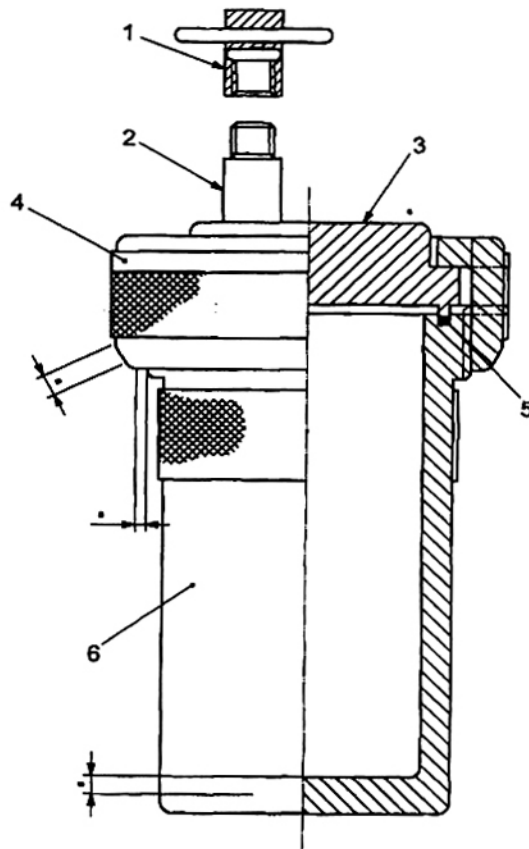
Để giảm thiểu sự suy giảm chất lượng bom. Cần giữ các bộ phận sạch, đặc biệt cần làm sạch các sản phẩm cháy bên trong bom ngay sau khi quan sát được. Các sự phát hiện hư hại bên ngoài phải báo ngay cho người vận hành, như vậy mọi tình huống có thể được kiểm soát. Các đường

ren phải được làm sạch cẩn thận, kỹ bằng bàn chải và nếu làm hỏng ren thì phải được nhân viên có chuyên môn chỉnh sửa lại.

b) Khuyến cáo người sử dụng bơm nhiệt lượng phải giữ thẻ ghi số lần đốt và ghi lại ngày cũng như các kết quả các lần kiểm tra và tiến hành các phép đo.

Đường kính ngoài của bơm được đo thường xuyên, như vậy khi phát hiện các sự méo mó thì phải thải bỏ, không được sử dụng bơm. Tần suất đo liên quan đến tần suất đốt, có thể hàng tuần, nếu sử dụng bơm hàng ngày.

CHÚ THÍCH: Đối với loại bơm có ren, tiến hành kiểm tra chất lượng ren theo qui định tại F.5.



#### CHÚ DẪN

- |   |                                 |   |          |
|---|---------------------------------|---|----------|
| 1 | nắp van                         | 4 | vòng đai |
| 2 | vỏ van                          | 5 | gioăng   |
| 3 | nắp                             | 6 | thân bơm |
| a | các vị trí khắc dấu, xem F.4 a) |   |          |

**Hình F.1– Bơm nhiệt lượng điển hình**



## TCVN 200:2011

c) Điều quan trọng là nếu xuất hiện sự không kín khít khi lắp bom thì cần kiểm tra sau khoảng không nhiều hơn 1000 lần đốt, và sau đó tại các chu kỳ không nhiều hơn 500 lần đốt (hoặc theo hướng dẫn của nhà sản xuất), và phải thải bỏ ngay bom khi phát hiện các ren bị chờn quá. Cần tiến hành kiểm tra/giám sát trong nội bộ cơ quan của người sử dụng, với điều kiện là thiết bị và chuyên gia phải có sẵn và trách nhiệm được xác định rõ ràng. Điều bắt buộc là bom nhiệt lượng phải được nhà sản xuất hoặc bên cơ quan thử nghiệm độc lập cấp lại chứng chỉ với các khoảng thời gian không quá một năm.

d) Khi bom nhiệt lượng được đại tu toàn bộ và lắp vòng đai mới, trước khi sử dụng, nhất thiết phải tiến hành kiểm định áp suất đối với cum lắp ráp theo qui định nêu tại Điều F.2, phải cung cấp báo cáo thông tin ghi chép cuối cùng, và bom được đánh dấu về ngày thử cuối cùng này.

e) Các thông tin sau được cung cấp kèm theo bom nhiệt lượng:

- 1) số nhân dạng của bom;
- 2) viện dẫn tiêu chuẩn, ngày kiểm định và ngày tiến hành phép thử rò khí, thử áp suất, tên cơ quan thử nghiệm và kết quả phép thử;
- 3) viện dẫn tiêu chuẩn (nếu có), phép phân tích và các tính chất cơ học của vật liệu để sản xuất vòng đai.

Báo cáo về thử kiểm định áp suất có giá trị trong bốn năm. Khi thử lại sẽ có báo cáo mới.

CHÚ THÍCH: Xem BS 3643-2 về phương pháp đánh giá các giới hạn dung sai cho phép về chênh lệch đường kính giữa ren trong và ren ngoài khi lắp ráp.

## F.5 Phương pháp đo độ kín khít khi lắp vòng đai với thân bom

### F.5.1 Các yêu cầu, vận ren

Khi tiến hành thử theo F.5.2 và F.5.3, các bom nhiệt lượng có ren phải phù hợp với hướng dẫn của nhà sản xuất.

### F.5.2 Chuẩn bị

Đầu tiên làm sạch ren và kiểm tra xem có hư hỏng không, ví dụ bị cháy, vỡ, lệch do sây sát, ăn mòn. Các vết hỏng cục bộ cần được chú ý chỉnh sửa trước khi tiến hành các phép thử tiếp theo.

### F.5.3 Cách tiến hành

Tiến hành theo qui trình sau:

a) Lắp đầy đủ vòng đai và nắp với thân bom và đếm số vòng xoay để siết chặt vòng đai vào bom. Tháo vòng đai và nắp ra, và sau đó không cần nắp, lắp vòng đai vào thân bom với số vòng xoay ít hơn bốn vòng so với lần đầu;

- b) Đặt thân bom lên tấm thứ bề mặt và cố định chắc chắn. Sử dụng đồng hồ kỹ thuật số có khả năng đọc chính xác đến 0,02 mm và đặt trên giá đỡ vững được bố trí tiếp xúc với bề mặt của vòng đai. Giữ thân bom cố định, xoay vòng đai theo hai vị trí cực đại của đường kính hoặc trục và độ kín khít sẽ quan sát được trên đồng hồ kỹ thuật số.
- c) Nếu bên cạnh vòng đai là mặt phẳng, thì tốt nhất nên đo độ kín khít theo đường kính. Nếu bên cạnh vòng đai có vân (knurling) ngăn cản việc đo, thì có thể đo độ kín khít theo hướng trục.
- d) Vòng đai sẽ không xoay được khi tiến hành phép thử trục, nên dùng vòng nhựa sẽ dễ dàng lắp khít vào thân bom thay cho vòng đai này.
- e) Để đo được độ kín khít theo đường kính (khi có thể), cần thực hiện năm số đọc tại một vị trí của chu vi ngoài của đai sau đó thực hiện tiếp tục để có được năm số đọc tại vị trí 90° so với các vị trí ban đầu. Lấy trung bình cộng của 10 số đọc để thiết lập độ lỏng theo đường kính.
- f) Để đo được độ kín khít với trục, cần có các số đọc của bề mặt trên của vòng đai, lấy mỗi số đọc trên 10 vị trí phân bố đều trên vòng đai. Giá trị trung bình của 10 số đọc sẽ xác định được độ kín khít với trục.

## **F.6 Vật liệu và các kích thước tối thiểu**

### **F.6.1 Nắp và thân bom**

Nắp và thân bom được chế tạo từ loại vật liệu có khả năng chịu được áp suất sinh ra trong quá trình đốt và chúng không bị ăn mòn do các sản phẩm của quá trình đốt mẫu.

Nắp và thân bom đều được chế tạo bằng máy từ các phôi rèn hoặc các thanh rỗng hoặc đặc, các bộ phận này không thể chế tạo theo phương pháp hàn hoặc hàn cứng các bộ phận với nhau.

Nếu nắp và thân bom được chế tạo từ vật liệu không phải là thép không gỉ, thì nhà sản xuất phải chứng nhận rằng loại vật liệu này đạt các phép thử tương ứng về độ bền chịu ăn mòn liên hạt.

### **F.6.2 Vòng đai**

Vòng đai được làm từ vật liệu như đồng nhôm, có khả năng chịu áp suất sinh ra trong quá trình đốt.

Vật liệu phải được lựa chọn để giảm thiểu sự ăn mòn hoặc kẹt dính ren trên thân bom.

Vòng đai được chế tạo bằng máy từ các phôi rèn hoặc thanh rỗng hoặc đặc, các bộ phận này không thể chế tạo theo phương pháp hàn hoặc hàn cứng các bộ phận với nhau.

### **F.6.3 Chiều dày thành bom**

Chiều dày thành bom hình trụ không nhỏ hơn 0,10 lần đường kính trong của bom tại bất kỳ điểm nào, kể cả tại chân đường vân và các ren đóng và các đường cắt tại các vị trí chân ren.

## TCVN 200:2011

### F.7 Sử dụng an toàn bom nhiệt lượng và thiết bị bổ sung của bom

**CẢNH BÁO:** Điều quan trọng là phải chú ý áp dụng các biện pháp an toàn khi xác định giá trị tỏa nhiệt và phải đặc biệt chú ý tuân thủ các điều cảnh báo khi thực hiện các phép thử đối với nhiên liệu lỏng dễ bay hơi.

#### F.7.1 Thiết bị nạp oxy

Thiết bị nạp oxy phải tuân thủ các điều sau:

- Bắt buộc hệ thống nạp phải bao gồm van điều chỉnh, dụng cụ vận hành an toàn dưới áp suất và đồng hồ đo áp suất.
- Van điều chỉnh có thể là loại van một cấp hoặc van kim.
- Dụng cụ an toàn có thể là van hoặc đĩa nổ. Cài đặt dụng cụ vận hành tại 0,25 MPa cao hơn áp suất làm việc qui định trong phép thử mẫu, với điều kiện là việc cài đặt không vượt quá 4,25 MPa.
- Đồng hồ áp suất là loại an toàn như qui định tại EN 837-1, có dải đo ít nhất là 5 MPa và có độ chính xác bằng  $\pm 0,2$  MPa tại 5 MPa.

Đồng hồ được kiểm tra hàng năm và bất kỳ khi nào có nghi ngờ.

Điều quan trọng là không dùng dầu mỡ khi kiểm tra đồng hồ, vì vậy phải ghi "KHÔNG DÙNG DẦU".

**NGUY HIỂM:** Không tiến hành đốt nếu bom nhiệt lượng bị nạp oxy quá đầy, loại bỏ phép thử.

**NGUY HIỂM:** Không tiến hành đốt nếu có rò khí khi bom chìm trong nước trong nhiệt lượng kế.

- Để giảm thiểu rủi ro gây nguy cơ nổ, khuyến cáo phải đặt bình oxy bên ngoài phòng hoặc trong khoang kín có bom.

#### F.7.2 Lượng mẫu

Trong mọi trường hợp, lượng mẫu trong bom phải nằm trong giới hạn qui định đối với phép thử tương ứng. Nói chung, lượng nhiệt giải phóng không được vượt quá 100 J trên milimet dung tích bom.

#### F.7.3 Mạch đánh lửa

Mạch đánh lửa phải chú ý các điều sau:

- Mạch mỗi không điều khiển bằng núm xoay loại lò so (bị chệch) để trở về trạng thái "tiếp xúc mở" khi tay đòn bật ra.
- Điện áp đánh lửa không vượt quá 24 V. Nếu điện áp đánh lửa lấy từ dòng điện chính thì phải sử dụng máy biến thế loại phản ứng quấn kép (cách điện) có màn che nối đất.
- nút bắt đốt phải được đặt ở vị trí sao cho người vận hành có thể đứng sau và đốt bom mà không chạm tới được. Khuyến cáo bố trí vị trí điều khiển đốt từ xa, ví dụ: sau tường chắn hoặc đứng ở phòng khác, đặc biệt khi tiến hành thử nghiệm đối với các loại nhiên liệu lỏng.
- nên có ampe kế hoặc đèn báo trong mạch đánh lửa để báo khi có điện. Cần có cầu chì loại 5 A.
- Không chạm vào bom sau khi đốt 20 s.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 174 (ISO 562), *Than đá và cốc – Xác định hàm lượng chất bốc*
- [2] ISO 579, *Coke – Determination of total moisture (Cốc – Xác định hàm lượng ẩm toàn phần)*
- [3] TCVN 172 (ISO 589), *Hard coal -- Determination of total moisture (Than đá -- Xác định hàm lượng ẩm toàn phần)*
- [4] TCVN 318 (ISO 1170), *Coal and coke – Calculation of analyses to different bases (Than và cốc – Tính kết quả phân tích trên những trạng thái khác nhau)*
- [5] ISO 29541<sup>1)</sup>, *Solid mineral fuels– Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen content – Instrumental method (Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định tổng cacbon, hydro và nitơ – Phương pháp thiết bị)*
- [6] BS 817:2008, *Specification for surface plate (yêu cầu kỹ thuật đối với tấm thử bề mặt)*
- [7] BS 3643-2, *ISO metric screw threads – Part 2: Specification for selected limits of size (Ren hệ mét – Phần 2: Yêu cầu kỹ thuật đối với các giới hạn kích thước lựa chọn)*
- [8] EN 837-1, *Pressure gauge – Part 1: Bourdon tube pressure gauge – Dimensions, metrology, requirements and testing (Đồng hồ áp suất – Phần 1: Đồng hồ áp suất loại ống Bourdon – Kích thước, đo lường, các yêu cầu và thử nghiệm).*
-