THAN **Phương pháp xác định nhiệt lượng riêng**		**TCVN** **200 — 86**
Уголь Метод определения теплоты сгорания	Coal Method for determination of combustion heat	**Có hiệu lực từ 1-1-1988**

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 200—75, quy định phương pháp xác định nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bơm, nhiệt lượng riêng cao và nhiệt lượng riêng thấp của than nâu, than đá, antraxít, đá cháy, cốc và than bùn.

1. ĐỊNH NGHĨA

1.1. Nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bơm là nhiệt lượng tỏa ra khi đốt cháy hoàn toàn một đơn vị khối lượng nhiên liệu trong bơm nhiệt lượng ở môi trường ôxy nén trong những điều kiện sau:

— Nhiệt độ của nhiên liệu trước khi đốt cháy và sản phẩm cháy đều ở nhiệt độ phòng thí nghiệm.

— Sản phẩm còn lại sau khi cháy là: các bon dioxyt ở dạng khí; lưu huỳnh dioxyt, lưu huỳnh trioxyt và nitơ oxyt sau đó tạo thành axit sunfuric và axit nitric hòa tan trong nước; nước ở dạng lỏng và tro.

1.2. Nhiệt lượng riêng cao là nhiệt lượng tỏa ra khi đốt cháy hoàn toàn một đơn vị khối lượng nhiên liệu trong bơm nhiệt lượng ở môi trường khí oxy nén trong những điều kiện sau:

— Nhiệt độ của nhiên liệu trước khi đốt cháy và sản phẩm cháy đều ở nhiệt độ phòng thí nghiệm.

— Sản phẩm còn lại sau khi cháy là cacbon dioxyt và lưu huỳnh dioxyt ở dạng khí, khí nitơ, nước ở trạng thái lỏng và tro.

1.3. Nhiệt lượng riêng thấp là nhiệt lượng riêng cao loại trừ nhiệt hóa hơi của nước được giải phóng và tạo thành trong cả quá trình đốt cháy mẫu nhiên liệu.

1.4. Nhiệt dung của nhiệt lượng kế là lượng nhiệt cần thiết để đốt nóng nhiệt lượng kế lên 1°C ở điều kiện tiêu chuẩn (còn gọi là giá trị nước của nhiệt lượng kế).

2. NGUYÊN TẮC PHƯƠNG PHÁP

Đốt cháy hoàn toàn mẫu nhiên liệu trong bơm nhiệt lượng ở môi trường oxy nén và do sự thay đổi nhiệt độ của nước trong bình nhiệt lượng kế. Trên cơ sở đó tính nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bơm, nhiệt lượng riêng cao và nhiệt lượng riêng thấp của mẫu.

3. PHÒNG, THIẾT BỊ, DỤNG CỤ VÀ THUỐC THỬ

3.1. Phòng

Khi xác định nhiệt lượng riêng của nhiên liệu cần phải tiến hành trong một phòng riêng có nhiệt độ và độ ẩm ổn định. Nhiệt độ phòng không được thay đổi quá 1°C. Cửa và những cửa sổ cần phải đóng khít. Tránh ánh nắng trực tiếp của mặt trời. Tránh để những thiết bị tạo ra luồng không khí mạnh như quạt và tránh xa những nguồn phát nhiệt như lò nung, tủ sấy bếp điện,...

3.2. Thiết bị nhiệt lượng kế

3.2.1. Bom nhiệt lượng làm bằng thép crôm – niken – môlipden

dung tích 250–350 ml;

khối lượng không quá 3,25 kg;

chiều dày của tất cả các phần riêng biệt không được bé hơn 1/10 đường kính bom;

mặt trong và mặt ngoài bom cần phải rất nhẵn;

nắp bom có thể là loại tự động đóng kín hay loại không tự động đóng kín. Qua nắp có hai ống dẫn, một để dẫn ôxy, một để tháo khí từ bom ra, được khóa bằng các van. Ống dẫn ôxy đồng. thời là một điện cực. Điện cực thứ hai lắp vào nắp bom và cách điện tốt với nắp, đầu cuối của nó là một vòng tròn để đặt chén đốt

Không được phép dùng vật liệu không phải kim loại để làm lớp bao phủ trong bom, thí dụ tráng men.

Bom phải có giấy chứng nhận chịu được áp suất thủy tĩnh 100 – 200at và phải định kỳ kiểm tra theo quy định của cơ quan nhà nước có trách nhiệm.

Sau khi thử áp suất thủy tĩnh, hay khi bom bị bẩn, cũng như khi bom mới, phải lau chùi rồi rửa cẩn thận tất cả các bộ phận, các rãnh bằng benzen, cồn, ete, cuối cùng đuổi hết ete bằng cách thổi không khí vào.

Cấm dùng bom nhiệt lượng riêng của nhiên liệu vào các mục đích khác.

3.2.2. Bình nhiệt lượng làm bằng kim loại mỏng, mài nhẵn, bề mặt crôm-niken, để đặt bom nhiệt lượng và chứa một lượng nước được cân trước. Giữa đáy bom và đáy bình phải có một quãng trống cao 10 — 20 mm, thành bom và bình có một quãng cách gần 20 mm để nước dễ luân chuyển do tác động của máy khuấy đảm bảo có thể truyền nhiệt (tỏa ra khi đốt mẫu) vào nước trong bình nhiệt lượng.

3.2.3. Vỏ ngoài là một hình trụ có thành kép dùng để cách biệt bình nhiệt lượng với môi trường xung quanh.

Khoảng trống giữa hai thành của bình được đổ đầy nước hoặc dầu nhờn hoặc để không. Ở đáy của bộ phận này lót một tấm thủy tinh, gỗ hay ebônit hoặc một giá ba chân để đặt bình nhiệt lượng trong quá trình xác định.

Vỏ được đậy kín bằng một nắp ebônit hay gỗ gồm hai phần ghép lại có lỗ để lồng nhiệt kế chính xác, máy khuấy và các dây tiếp xúc để đốt mẫu nhiên liệu trong bơm. Vỏ ngoài có những bộ phận đặc biệt để giữ chặt nhiệt kế, kính lúp và máy khuấy.

3.2.4. Máy khuấy cánh quạt (hay chân vịt) quay với tốc độ 400—500 vòng/phút hay máy khuấy truyền động thẳng đứng đạt 50—80 chuyển động trong một phút.

3.2.5. Nhiệt kế chính xác thủy ngân với vạch chia 0,01°C và có thể đọc chính xác đến 0,001°C nhờ kính lúp hay ống nhòm. Có thể dùng một trong hai loại nhiệt kế:

– Nhiệt kế Bécman với thang nhiệt độ 5 – 6°C. Có hai bình chứa thủy ngân, một bình chứa dưới và một bình chứa trên nên có thể điều chỉnh thủy ngân ở bình chứa dưới để tương ứng với nhiệt độ của từng mùa. Nhiệt kế Bécman không ghi nhiệt độ thực tế của nước mà chỉ ghi hiệu số nhiệt độ trong quá trình xác định.

– Nhiệt kế thủy ngân thường có vạch chia độ quy định như trên

Phải định kỳ kiểm tra nhiệt độ, từng 0,5°C với độ chính xác 0,002°C.

3.2.6. Kính lúp hay ống nhòm tiêu cự ngắn phóng đại 5 lần, gắn trên giá kim loại thẳng đứng, không được cột chặt vào nhiệt kế.

3.2.7. Bình oxy: Dùng oxy điều chế bằng phương pháp làm sạch không khí. Cấm dùng loại oxy có lẫn hydro (điều chế bằng phương pháp điện phân nước).

3.2.8. Bộ phận giảm áp ôxy gồm một van giữa hai áp kế, áp kế giới hạn 70 at để đo áp suất trong bom khi nạp oxy. Áp kế giới hạn 250–300 at để kiểm tra oxy trong bình oxy.

3.2.9. Chén đốt làm bằng thép crôm-niken, platin hay thạch anh, đường kính đáy 19 – 20 mm, đường kính miệng 26–27 mm, cao khoảng 14 mm và chiều dày:

nếu là chén crôm-niken	0,5 mm;
nếu là chén platin	1,0 mm;
nếu là chén thạch anh	1,5 mm.

3.2.10. Dụng cụ nén để nén những thuốc thử cần dùng cho việc xác định nhiệt dung của nhiệt lượng kế và đóng viên nhiên liệu đường kính khoảng 10–20 mm.

3.2.11. Dây mồi bằng sắt, niken, đồng hay côngstantan. Dây phải mềm, đường kính 0,1–0,2 mm. Cắt dây thành những đoạn bằng nhau dài khoảng 60–120 mm, tùy theo cơ cấu phụ tùng bên trong bom và hệ thống mồi. Cân trên cân phân tích 10–15 đoạn cùng một lúc và tính khối lượng trung bình của mỗi đoạn.

Nhiệt lượng riêng của vật liệu làm dây mồi ghi ở bảng 1

Bảng 1

Vật liệu	Khối lượng riêng của vật liệu	
	kj/kg	cal/g (kcal/kg)
Sắt	6690	1600
niken	3240	775
côngtantan	3140	750
đồng	2510	600

3.2.12. Nguồn điện và máy biến áp tạo điện áp 24 vôn đủ sức đốt cháy mẫu thử và làm đứt sợi dây mồi để ngắt dòng điện.

3.2.13. Đồng hồ bấm giây.

3.2.14. Cân phân tích có quả cân đến 100 g, chính xác đến 0,0002 g.

3.2.15. Những trang bị thông thường khác

Những ống kim loại dẫn ôxy, nối bình ôxy và áp kế với bom nhiệt lượng, cần phải thử áp xuất thủy tĩnh định kỳ của cơ quan có trách nhiệm, sau 1000 lần xác định thử 1 lần, nhưng không ít quá 1 lần trong 1 năm.

Phải khử sạch dầu mỡ để phòng làm bẩn các dụng cụ và bộ phận trên trong quá trình làm việc. Trường hợp cần bôi trơn một bộ phận nào đó của thiết bị dẫn ôxy, dùng glixêrin để bôi, không được dùng mỡ và các loại khác.

Phải tuyệt đối tuân theo các quy tắc an toàn lao động trong khi làm việc.

3.3. Thuốc thử

axit benzoic, nhiệt lượng riêng cao 6323 cal/g;

axit salisilic, nhiệt lượng riêng cao 5242 cal/g;

axit xuxinic, nhiệt lượng riêng cao 3027 cal/g.

Trước khi dùng một trong các thuốc thử trên phải sấy đến khối lượng không đổi trong bình hút ẩm có chất làm khô là axit sunfuric đậm đặc hay một chất khác như oxy photpno hoặc peclotrátmagiê.

Natri hydroxyt, dung dịch 0,1 N;

Kali hydroxyt, dung dịch 0,1 N;

Bari hydroxyt, dung dịch 0,1 N;

hydro peoxyt 30%;

Chỉ thị phênolphtalêin, dung dịch 1% trong rượu etylic;

Khi xác định nhiệt lượng riêng của nhiên liệu, dùng loại thuốc thử tinh khiết hóa học, hay các loại thuốc tương đương khác của các nước theo TCVN 1058–71.

4. XAC ĐỊNH NHIỆT DUNG CỦA NHIỆT LƯỢNG KẾ

4.1. Nguyên tắc của phương pháp là đốt trong bom một lượng thuốc thử đã biết trước nhiệt lượng riêng cao ở môi trường

oxy nén, sau đó dựa trên nhiệt độ tăng do lượng thuốc thử cháy tỏa ra để tính nhiệt dung của nhiệt lượng kế.

4.2. Tiến hành xác định

Nhiệt lượng kế gồm bom nhiệt lượng, bình nhiệt lượng có đựng nước, máy khuấy và nhiệt kế. Cân một lượng thuốc thử (axit benzoic, axit salisilic hay axit xuxinic) đã nén thành viên, sau đó đem đốt trong bom. Sợi dây mồi cuốn một vòng xung quanh viên thuốc thử. Tiến hành xác định và đo như phương pháp xác định nhiệt lượng riêng chỉ dẫn ở điều 5. Bom nhiệt lượng nạp oxy ở áp suất 25at.

Khi xác định nhiệt dung của nhiệt lượng kế cần tính nhiệt lượng tỏa ra khi tạo thành axit từ nitơ. Xác định nhiệt lượng axit nitric tạo thành bằng phương pháp chuẩn độ lượng nước rửa bom. Dùng dung dịch kali hydroxyt 0,1N để chuẩn độ sau khi đun sôi lượng nước rửa bom để đuổi hết cacbon dioxyt trong 5 phút với chỉ thị phenolphtalein).

1 ml dung dịch 0,1 N đã dùng khi chuẩn độ tương ứng với 1,43 cal

4.3. Tính nhiệt dung của nhiệt lượng kế K, tính bằng cal/^{0}C, theo công thức:

$$K = \frac{Q_1 + Q_2 + Q_N}{D_t - k}$$

trong đó:

$Q_1 = q_1 . G_1$ – nhiệt lượng tỏa ra khi đốt cháy thuốc thử, cal,

với q_1 – nhiệt lượng riêng cao của thuốc thử cal/g

G_1 – khối lượng thuốc thử, g;

$Q_2 = q_2, G_2$ – nhiệt lượng tỏa ra khi đốt cháy dây mồi, cal,

với q_2 – nhiệt lượng riêng cao của dây mồi, cal/g;

G_2 – khối lượng phần dây mồi đã cháy, g;

$Q_N = 1,43.V$ – nhiệt lượng tỏa ra khi tạo thành axit nitric và hòa tan nó, với V – thể tích dung dịch kali hydroxyt hay bari hydroxyt 0,1 N đã chuẩn, ml;

D_t – trị số tăng nhiệt độ của thời kỳ chính, ^{0}C;

k – độ hiệu chỉnh trao đổi nhiệt của nhiệt lượng kế với môi trường xung quanh, °C, xác định theo điều 5.4.1.2.

Chú thích:

1. Nhiệt dung của nhiệt lượng kế phải xác định trong phòng và các điều kiện như khi xác định nhiệt lượng riêng của mẫu thử

2. Việc xác định nhiệt dung của nhiệt lượng kế phải được tiến hành khi thay đổi những điều kiện làm việc của nhiệt lượng kế (khi thay đổi hoặc sửa chữa các bộ phận nhiệt lượng kế, thay đổi vị trí của máy, nhiệt độ của phòng thay đổi theo từng mùa)

3. Trị số nhiệt lượng riêng của các thuốc thử nêu trên là trị số có tính chất tương đối. Muốn có trị số chính xác phải được cơ quan có trách nhiệm xác nhận. Nếu dùng thuốc thử của nước ngoài thì lấy trị số của nước đó.

5. XÁC ĐỊNH NHIỆT LƯỢNG RIÊNG CỦA THAN

5.1. Chuẩn bị mẫu thử

5.1.1. Lót dưới chén đốt một lớp bột amimăng đã nung trước và nén chặt rồi cân chính xác đến 0,0002g. Mẫu than phân tích được chuẩn bị theo TCVN 1693–86. Lấy lượng mẫu có khối lượng (cân chính xác đến 0,0002g) đảm bảo để khi đốt nhiệt độ tăng lên được 1,8 — 3°C (khoảng 0,8 — 1,5g).

Đối với than bùn, than nâu, than lửa dài và than mỡ có độ tro nhỏ hơn 35% thì nén thành viên, ngoài ra cho phép đốt ở dạng bột.

Đối với nhiên liệu có độ tro lớn hơn 40% cần cho thêm một lượng xác định axit benzoic để than cháy hoàn toàn.

5.1.2. Chuẩn bị dụng cụ để cho nhiệt độ của nước ở vỏ ngoài của nhiệt lượng kế cân bằng với nhiệt độ phòng (± 0,5°C).

Trong bình nhiệt lượng luôn có một lượng nước 2700g, với độ chính xác 0,5g, lúc đọc lần sau cùng của thời kỳ đầu cần phải bảo đảm nhiệt độ của nước ở vỏ ngoài cân bằng với nhiệt độ của nước trong bình nhiệt lượng (± 0,5°C).

Nhiệt độ của nước ở vỏ ngoài (bộ phận ổn định nhiệt) trước và sau khi đốt phải ở nhiệt độ phòng.

Nạp ôxy vào bom nhiệt lượng đến áp suất cần thiết:

20 ± 1 at khi thử mẫu than nâu ;

25 ± 2 at khi thử mẫu than đá và antraxit ;

30 — 35 at khi thử mẫu than khó cháy có độ tro cao.

Sau khi đã nạp oxy vào bom, đóng van áp kế đo áp suất trong bom, tháo ống dẫn oxy ra, đậy các nút trên nắp bom.

Đặt bom cẩn thận vào bình nhiệt lượng, không được chạm tay vào nước hay để nước tràn ra ngoài. Đặt bình nhiệt lượng đã có bom vào vỏ ngoài trên giá cách nhiệt.

Nối dây dẫn điện với các điện cực của bom, sau đó lắp nhiệt kế vào nhiệt lượng kế, đặt ngay ngắn ở vị trí thẳng đứng. Nhiệt kế được đặt vào nhiệt lượng kế sau cùng và được lấy ra đầu tiên để không gây trở ngại khi thao tác.

Máy khuấy khi chuyển động không được chạm vào nhiệt kế, thành bom và bình nhiệt lượng. Phần khuấy (cánh quạt) không được nhô lên khỏi mặt nước.

Bầu thủy ngân của nhiệt kế phải nằm ở khoảng giữa chiều cao của bom nhúng sâu trong nước.

Nắp của nhiệt lượng kế không chạm vào nhiệt kế và máy khuấy. Số vòng quay của máy khuấy trong suốt thời gian làm việc phải luôn luôn không đổi.

5.3. Tiến hành xác định

Cho máy khuấy chạy đều, cứ mỗi phút lại đọc nhiệt độ trên nhiệt kế qua kính lúp hay ống nhòm ; trước mỗi lần đọc nhiệt độ, dùng đũa thủy tinh nhỏ có lồng ống cao su ở đầu gõ nhẹ để tránh lực mao dẫn của thủy ngân. Sau ít lần đọc, khi thấy nhiệt độ tăng lên đều đặn thì bắt đầu xác định.

Quá trình xác định được chia ra làm ba thời kỳ liên tục như sau :

Thời kỳ đầu là thời kỳ trước lúc đốt mẫu, kéo dài trong 5 phút, để xác định mức độ trao đổi nhiệt của nhiệt lượng kế với môi trường xung quanh ở nhiệt độ ban đầu của quá trình xác định.

Thời kỳ chính là thời kỳ đốt mẫu, nhiên liệu tỏa nhiệt, truyền cho nhiệt lượng kế và nhiệt độ trong tất cả các phần cân bằng nhau. Đóng mạch điện ở thời điểm đọc cuối cùng của thời kỳ đầu. Tiến hành đọc nhiệt độ cho đến khi nhiệt độ của hệ thống được cân bằng.

Thời kỳ cuối có sự trao đổi nhiệt của nhiệt lượng kế với môi trường xung quanh ở nhiệt độ của quá trình xác định, kéo dài trong 5 phút.

Trong ba thời kỳ, đọc nhiệt độ chính xác đến 0,001°C.

Khi xác định xong, tắt động cơ truyền động cho máy khuấy, tháo dây ở nút bơm, nhấc nhiệt kế lên, lau khô.

Lấy bom ra, lau bên ngoài và đặt vào giá đỡ một cách thận trọng, sau đó xả khí từ bom ra trong 5–10 phút. Dùng nước cất (tối đa 200ml) rửa mặt trong chén đốt, nắp, điện cực. Nước rửa gộp vào một cốc thủy tinh và dùng để xác định hàm lượng lưu huỳnh khi đốt nhiên liệu trong bom. Đối với nhiên liệu có hàm lượng lưu huỳnh lớn hơn 3% cần cho khí thoát ra qua một một bình rửa đựng dung dịch natri hydroxyt 0,1N và 1ml hydro peoxyt. Sau đó gộp với nước rửa bom. Trong trường hợp phát hiện trong bình rửa hay trong chén có một phần than chưa cháy hết thì phải xác định lại.

5.4. Tính nhiệt lượng

5.4.1. nhiệt lượng đốt cháy riêng bom

5.4.1.1. Nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bom của mẫu phân tích Q_b^{pt} tính bằng cal/g, theo công thức sau:

$$Q_b^{pt} = \frac{K(D_t - k) - q_2 \cdot G_2}{G}$$

trong đó:

G – khối lượng mẫu than, tính bằng g;

K, D_t, k, q_2, G_2 – như điều 4.3.

5.4.1.2. Độ hiệu chỉnh trao đổi nhiệt của nhiệt lượng kế với môi trường xung quanh, tính bằng °C, theo công thức:

$$k = 0{,}5\,(d_1 - d_2) + (n - 1)d_2$$

trong đó:

d_1 – giá trị biến đổi trung bình của nhiệt độ trong mỗi phút thời kỳ đầu, °C;

d_2 – giá trị biến đổi trung bình của nhiệt độ trong mỗi phút thời kỳ cuối, °C;

n – số phút thời kỳ chính.

5.4.2. Nhiệt lượng riêng cao

5.4.2.1. Nhiệt lượng riêng cao của mẫu phân tích Q_c^{pt} tính bằng cal/g theo công thức:

$$Q_c^{pt} = Q_b^{pt} - \left(\alpha S_b^{pt} + \beta Q_b^{pt}\right)$$

trong đó:

Q_b^{pt} – nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bom của mẫu, cal/g;

α – hệ số tính nhiệt tạo thành axit sunfuric từ lưu huỳnh dioxit và nhiệt hòa tan của nó trong nước, bằng 2,26 cal tương ứng 1% lưu huỳnh;

S_b^{pt} – lượng lưu huỳnh của mẫu phân tích đã được chuyển thành axit sunfuric khi nhiên liệu cháy trong bom, được xác định bằng cách; lấy nước rửa bom ở trên đem lọc, dung dịch lọc để xác định S_b^{pt} bằng phương pháp trọng lượng theo TCVN 175—86, %;

β – hệ số tính chuyển nhiệt tạo thành và hòa tan trong nước của axit nitric và bằng 0,001 đối với than gầy và antraxit, bằng 0,0015 đối với những than khác;

5.4.2.2. những điểm đặc biệt khi tính nhiệt lượng riêng cao của nhiên liệu.

Khi tính hiệu chỉnh nhiệt tạo thành và hòa tan của axit sunfuric đối với nhiên liệu có nhiệt lượng riêng lớn hơn 3500cal/g và hàm lượng lưu huỳnh nhỏ hơn 4%, được phép sử dụng kết quả phân tích lưu huỳnh chung theo TCVN 175–86.

Đối với than bùn ít lưu huỳnh, hàm lượng lưu huỳnh chung coi như bằng 0,3% nếu như hàm lượng lưu huỳnh chung lớn hơn 0,3% thì xác định lưu huỳnh như điều 5.4.2.1.

5.4.2.3. Nhiệt lượng riêng cao của mẫu làm việc Q_c^{lv} tính bằng cal/g, theo công thức:

$$Q_c^{lv} = Q_c^{pt} \frac{100 - W^{lv}}{100 - W^{pt}}$$

trong đó:

Q_c^{pt} – nhiệt lượng riêng cao của mẫu phân tích, cal/g;

W^{lv} – độ ẩm của mẫu làm việc, %;

W^{pt} – độ ẩm của mẫu phân tích, %.

5.4.3. Nhiệt lượng riêng thấp của mẫu làm việc Q_t^{lv} tính bằng cal/g theo công thức:

$$Q_t^{lv} = Q_c^{lv} - \gamma\ (8{,}94 \cdot H^{lv} + W^{lv})$$

trong đó:

γ – hệ số tính chuyển nhiệt tạo thành và ngưng tụ của nước khi đốt mẫu trong bom tương ứng với 1% nước ở 20°C và bằng 5,86;

8,94 – hệ số tính chuyển hydro ra nước;

H^{lv} – hàm lượng hydro trong mẫu làm việc, %;

Q_c^{pt} và W^{lv} – như điều 5.4.2.3.

5.4.4. Tính chuyển kết quả ra các trạng thái tiến hành theo TCVN 318–69.

6. SAI SỐ CHO PHÉP

6.1. Tính các kết quả nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bom, nhiệt lượng riêng cao và nhiệt lượng riêng thấp chính xác đến 1 cal/g. Sau đó quy tròn kết quả thử cuối cùng đến 10cal/g

6.2. Sai số cho phép giữa hai lần xác định song song Q_b^{pt} trong một phòng thí nghiệm không được vượt quá 30 cal/g và ở các phòng thí nghiệm khác nhau không được vượt quá 60cal/g

Đối với nhiên liệu có Q_b^{pt} nhỏ hơn 3500cal/g và hàm lượng lưu huỳnh chung lớn hơn 4% thì sai số cho phép giữa hai lần xác định song song của Q_b^{pt} trong một phòng thí nghiệm không được vượt quá 50cal/g, còn trong các phòng thí nghiệm khác nhau không được vượt quá 80cal/g.

Nếu sai số của hai lần xác định song song vượt quá giới hạn cho phép thì tiến hành xác định lần thứ ba và kết quả cuối cùng lấy giá trị trung bình của hai lần gần nhau nhất trong giới hạn sai số cho phép.

6.3. Nhiệt dung của nhiệt lượng kế tính theo giá trị trung bình cộng của 5 kết quả, không được sai nhau quá 10cal/°C.

7. THÍ DỤ TÍNH NHIỆT DUNG CỦA NHIỆT LƯỢNG KẾ

Khối lượng dây mồi 0,0143g;

Trong bom còn lại 0,0025g dây mồi;

Nhiệt lượng riêng cao của dây mồi 1610cal/g;

Khối lượng mẫu (axit benzoic 0,9865cal/g;

Nhiệt lượng riêng cao của axit benzoic 6324,3cal/g;

Thể tích dung dịch dùng để chuẩn độ nước rửa bom 2,48ml;

Số liệu ghi trong quá trình xác định nhiệt dung của nhiệt lượng kế nêu ở bảng 2.

Bảng 2

Thời kỳ	Thứ tự đọc	Số ghi trên thang nhiệt kế		Thay đổi nhiệt độ trong thời kỳ
Đầu	0	18,769		$5d_1 = 0,016$
	1	18,772		
	2	18,775		
	3	18,779		
	4	18,781		
	5	18,785	(t_o)	
Chính	6	20,200		$n = 5$ $D_t = t_n - t_o$ $= 2,019$
	7	20,690		
	8	20,778		
	9	20,800		
	10	20,804	(t_n)	
Cuối	11	20,802		$5d_2 = -0,015$
	12	20,800		
	13	20,797		
	14	20,793		
	15	20,789		

Tính:

$d_1 = 0,0032°C$; $d_2 = -0,0030°C$

$k = 0,5 . (0,0032 - 0,0030) + (5 - 1) . (-0,0030) = -0,0119°C$:

$Q_1 = 6324.3 . 0.9865 = 6238.92$ cal:

$Q_2 = 1610 . (0,0143 - 0,0025) = 19,00$cal;

$Q_N = 1,43 . 2,48 = 3,55$cal.

Nhiệt dung của nhiệt lượng kế tính theo công thức ở điều 4.3 là:

$$K = \frac{6238,82 + 3,55 + 19,00}{2,019 - (-0,0119)} = 3083,1 \approx 3083 \text{ cal/°C}$$

8. THÍ DỤ TÍNH NHIỆT LƯỢNG RIÊNG

Khối lượng dây mồi 0,006g;
Trong bom còn lại 0,0014g dây mồi;
Nhiệt lượng riêng cao của dây mồi 1610 cal/g;
Nhiệt dung của nhiệt lượng kế K = 3083cal/°C;
Khối lượng mẫu phân tích G = 1,2456g than antraxit;
Hàm lượng lưu huỳnh phân tích bom $S^{pt}_{b} = 0,5\%$;
Hàm lượng ẩm phân tích $W^{pt} = 2,9\%$;
Hàm lượng ẩm của mẫu làm việc $W^{lv} = 9,7\%$;
Hàm lượng hydro của mẫu làm việc $H^{lv} = 3,31\%$

Số liệu ghi trong quá trình xác định nhiệt lượng riêng của than nêu ở bảng 3.

Bảng 3

Thời kỳ	Thứ tự đọc	Số liệu ghi trên thang nhiệt kế		Thay đổi nhiệt độ trong thời kỳ
Đầu	0	18,683		$5d_1 = 0,014$
	1	18,686		
	2	18,687		
	3	18,692		
	4	18,694		
	5	18,697	(t_o)	
Chính	6	19,956		$n = 5$
	7	20,538		$D_t = t_n - t_o$
	8	20,698		$= 2,052$
	9	20,747		
	10	20,749	(t_n)	
Cuối	11	20,747		$5a_2 = -0,010$
	12	20,746		
	13	20,714		
	14	20,742		
	15	20,731		

Tính:

$d_1 = 0{,}0028°C$; $d_2 = -0{,}0020°C$;

$k = 0{,}5 . (0{,}0028 - 0{,}0020) + (5 - 1) . (-0{,}0020) = -0{,}0076°C$;

$G_2 = 0{,}0060 - 0{,}0014 = 0{,}0046g$;

Nhiệt lượng đốt cháy riêng trong bom của mẫu phân tích xác định theo công thức ở điều 5.4.1.1. là:

$$Q_b^{pt} = \frac{3083 . [2{,}052 - (-0{,}076)] - 0{,}0046 . 1610}{1{,}2456} = 5918{,}75$$

$$\approx 5919 cal/g.$$

Nhiệt lượng riêng cao của mẫu phân tích xác định theo công thức ở điều 5.4.2.1. là:

$$Q_c^{pt} = 5919 - (2{,}26 . 0{,}5 + 0{,}001 . 5919) = 5911{,}95$$

$$\approx 5912 \approx 5910 cal/g.$$

Nhiệt lượng riêng cao của mẫu làm việc xác định theo công thức ở điều 5.4.2.3. là:

$$Q_c^{lv} = 5912 . \frac{100 - 9{,}7}{100 - 2{,}9} 5497{,}97 \approx 5498 \approx 5500 cal/g.$$

Nhiệt lượng riêng thấp của mẫu làm việc xác định theo công thức ở điều 5.4.3. là:

$$Q_t^{lv} = 5498 - 5{,}86 (8{,}94 . 3{,}31 + 9{,}7) = 5267{,}76$$

$$\approx 5268 \approx 5270 cal/g.$$