

z silnika na indykator i t. p., jest względna, stąd doskonale one nadają się do jakościowej, a znacznie mniej do ilościowej oceny sposobu pracy badanych silników.

Jako przykład indykatora lusterkowego służyć może konstrukcja Hopkinsona, podana na rys. 64, który, jak i inne indykatory tego typu, jest umieszczony w ciemni fotograficznej. Sprężynę reprezentuje w tym indykatorze stalowa sztabka, dająca większą proporcjonalność odkształceń od przepony, stosowanej w innych konstrukcjach. Ciśnienia na tę sprężynę przenoszą się z cylindra silnika kanałem, zamykanym przy pomocy kurka, poczem działają na tłoczek, dokładnie wtarty w cylinderek indykatora, i na sprężynę. Ruch tej sprężystej sztabki i tłoczka zamienia się, przy pomocy nader lekkiego mechanizmu korbowego, na wahlwie-zwrotny — lusterka, osadzonego ekscentrycznie na wałku ponad sprężyną. Kąt obrotu lusterka odpowiada, w pewnym stosunku przekładni, ruchowi tłoczka, względnie odkształceniu sprężyny. W miarę jak ciśnienia pod tłoczkiem się zmieniają, lusterko waha się o pewien kąt, a promień światła na lusterko rzucony z małej lampki elektrycznej zostaje również odbity od niego o kąt, proporcjonalny do ciśnienia wywartego na tłoczek i sprężynę. Ruchy tłoka silnika przenoszone są przy pomocy odpowiedniej przekładni z wału wykorbionego na oprawę indykatora, która umieszczona na łożyskach kulkowych może się poruszać ruchem zwrotnym.

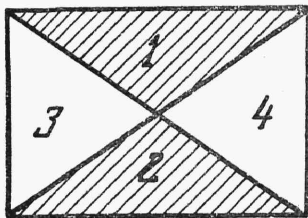
Rys. 65 przedstawia zmontowane na szybkobieżnym silniku benzynowym cztery indykatory lusterkowe, skąd wyraźnie widać matówki oraz cztery lampki rzucające promień światła na lusterka.

II. Badanie paliwa stałego.

1. Branie próbek.

Wobec tego, że badamy paliwo tylko w postaci próbki i z własności tej drobnej ilości paliwa sądzimy o wielkich, wielotonowych transportach, sposób wzięcia próbki, przy tak niejednorodnym materiale, jakim jest materiał opałowy stały, ma ogromny wpływ na późniejsze oznaczenia. Aby pod tym względem uniknąć większych błędów i wpływów subiektywnych, branie próbek odbywa się według pewnych norm. Mianowicie z paliwa dostarczanego do palenisk czy też w wagonów na skład, z każdego wózka, taczki czy czerpaka odrzuca się taką samą ilość np. jedną łopatę. Tak otrzymane paliwo układa się na kamiennej, zamiecionej i suchej podłodze w prostokąt; o ile opał jest w większych bryłach tłucze się go, poczem materiał opałowy z dwóch trójkątów przeciwległych np. 1 i 2 (patrz rys. 66), utworzonych przez przekątnie, układa się w nowy prostokąt, znów

się rozdrabnia i dzieląc przekątnymi na trójkąty, odrzuca się dwa, a pozostałe np. 3 i 4, rozdrabnia się w dalszym ciągu, układa w prostokąt, dzieli przekątnymi, odrzuca dwa trójkąty, postępując z dwoma pozostałymi jak poprzednio, aż do otrzymania 2 do 3 kg próbki, dosyć drobno potłuczonej, którą należy zamknąć do naczynia suchego i hermetycznego (słoik ze szklanym korkiem lub blaszanka, z dającą się zalutować, pokrywka).



Rys. 66.

2. Oznaczanie wilgotności

Aby przy czynnościach z próbka paliwa stałego uniezależnić się od jej stanu wilgotności przedewszystkiem określa się t.zw. wilgotność względną paliwa z różnicy ciężarów próbki w tym stanie, w jakim została dostarczona do badania oraz w stanie podsuszonym na rozesłanym arkuszu bibuły w atmosferze otoczenia przy temperaturze pokojowej. Suszenie uważane jest za ukończone, gdy próbce przestaje ubywać na wadze. Wilgotność odnosi się, oczywiście, do jednostki ciężaru i wyraża się w procentach. Wpływ zmiennej wilgotności powietrza może być pominięty.

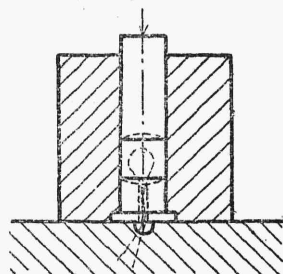
Wilgotność bezwzględna (absolutną) oznaczamy z różnicy ciężarów próbki wysuszonej na powietrzu oraz w suszarce, w naczynku wagowym lub między dwoma szkiełkami od zegarka, przy temperaturze 105°C w ciągu 2 godzin. Po wysuszeniu, próbkę przed ważeniem należy ochłodzić w eksykatorze. Dla kontroli oznacza się jednocześnie dwie próbki o ciężarze 5 do 10 g każda. Do tak otrzymanej procentowej zawartości wilgoci należy dodać wilgotność względną, aby otrzymać zawartość wilgoci w próbce w stanie pierwotnym.

Przed wprowadzeniem próbki do suszarki należy ją tak rozdrobnić, by można ją było przesiać przez sito o 250 oczkach na 1 cal (40 oczek na 1 cm^2).

3. Oznaczanie wartości opałowej paliwa przy pomocy bomby kalorymetrycznej.

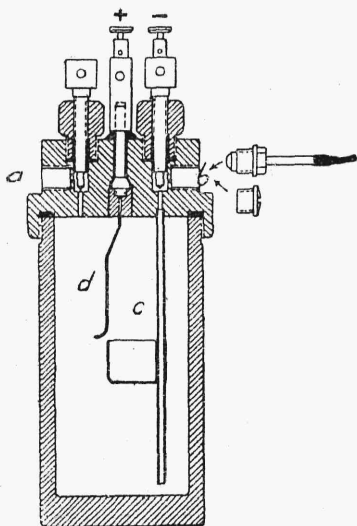
W celu oznaczenia wartości opałowej paliwa spala się w sposób zupełny jego próbkę w atmosferze zgęszczonego tlenu w mocnym naczyniu stalowym, zwanem bombą kalorymetryczną, a zanurzonem w naczyniu z wodą i w termostacie. Z podniesienia się temperatury wody i ilości spalonego paliwa obliczamy jego wartość opałową.

Aby wyniki spalania były dokładne próbka paliwa musi być bardzo drobno roztarta w tyglu agatowym, poczem zostaje sprasowana w prasce na brykecik (pastylkę) o ciężarze 0,5 do 2,0 gr, zależnie od wartości opałowej paliwa tak, by wywiązywało się przy spalaniu około 6 kal. Aby umożliwić zapłon próbki wciska się podczas tworzenia brykecika (patrz rys. 67) w prasce albo cienki drucik żelazny ($0,1\text{ mm } \varnothing$), co jest jednak niewskazane, bo trudno stwierdzić, jak się przy spalaniu żelazo utleni, a obok tego topiące się żelazo niszczy wewnętrzną emalję bomby, albo zamiast drucika wprasowuje się nitkę bawełnianą albo wreszcie wkłada się brykecik w woreczek, zrobiony z kollodium; ten ostatni sposób, jakkolwiek wprowadza do pomiarów niepotrzebnie ilość ciepła, powstałą ze spalania kollodium, wskazany jest wtedy, gdy chodzi o materiał trudno spalający się lub niedający się dobrze sprasować (koks). Zakładanie nitki lub drucika odbywa się w sposób pokazany na sąsiednim rysunku (rys. 67), należy jednak zwracać uwagę, żeby wystające końce umieścić w odpowiednim rowku i tą drogą uniknąć ich ucięcia podczas prasowania.



Rys. 67.

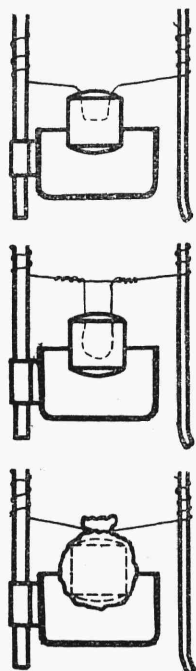
Tak przygotowaną próbkę w postaci brykecika czy pastylki wprowadza się do bomby. Jest to naczynie stalowe (rys. 68) o pojemności około 300 cm^3 , wyłożone wewnątrz platyną lub ogniotrwałą emalją i zamknięte szczelną, wkręcaną pokrywą. W pokrywie znajdują się dwa zawory: jeden zamykający rurkę platynową, przechodzącą przez pokrywę i sięgającą prawie dna bomby, na której umocowany jest tygiel *c* platynowy, kwarcowy lub szamotowy oraz drugi zawór, łączący zawartość bomby z otoczeniem przez boczny kanałik *a*. Poza tem w pokrywę wstawiony jest izolowany od niej drucik platynowy *d*, na przedłużeniu którego, już nazewnątrz, znajduje się zacisk do połączenia ze źródłem prądu elektrycznego.



Rys. 68.

Brykecik przymocowuje się bądź wystającymi końcami nitki żelaznej, jednym do rurki platynowej, drugim do izolowanego drucika *d* w pokrywie bomby (patrz rys. 69₁), bądź przez okręcenie wystających końców nitki bawełnianej dookoła drucika platynowego (rys. 69₂), łączącego w tym wypadku obie te końcówki

platynowe, bądź wreszcie, okręcając dookoła nich końce drucika żelaznego lub nikelinowego, przy pomocy którego zawiązany został woreczek z kollodium, zawierający wewnątrz brykecik (rys. 69/3). Po zawieszeniu pod brykiecikiem tygielka zakręca się szczelnie pokrywę (dobrze jest pokryć ołowianą uszczelkę cienką warstwą waseliny) i przepłukuje bombę tlenem z t. zw. cylindra (flaszka stalowa na sprężone gazy) przy otwartych obydwóch zaworach, poczem zamyka się jeden zawór, a po doprowadzeniu ciśnienia w bombie do 12 — 25 at, zależnie od wielkości brykiecika i jakości paliwa (dla torfu ciśnienie najmniejsze, dla koksu — naj-



Rys. 69.

większe), zamyka się i drugi zawór. Połączenie między bombą a cylindrem dokonywa się przy pomocy cienkiej a giętkiej rurki miedzianej, mającej połączenie z manometrem. Po zakręceniu otworów w pokrywie a i b przy pomocy odpowiednich śrubek, wstawiamy tak przygotowaną bombę do naczynia kalorymetrycznego, zawierającego około 2000 gr wody. Wrazie nieszczelności bomby ukażą się w wodzie wydobywające się z pod pokrywy pęcherzyki, w tym wypadku należy nieszczelność usunąć i dopiero po ponownym zważeniu wody bombę wstawić. Po umieszczeniu w wodzie termometru z podziałką na $\frac{1}{50}^{\circ}$ lub $\frac{1}{100}^{\circ}$ C (Beckmanna lub normalny), włączeniu do zacisków bomby, przy otwartym wyłączniku, źródła prądu elektrycznego o napięciu 4 do 6 V (akumulatory lub prąd silny po przejściu przez żarówki) oraz po uruchomieniu mieszadła kalorymetru przy 40 — 60 obrotach na minutę, można przystąpić do właściwego pomiaru.

Pomiar kalorymetryczny składa się z trzech okresów wstępnego, głównego i zakończenia. Podczas całego pomiaru odczytuje się temperatury na termometrze co sekundę przy pomiarach technicznych, co pół sekundy przy pomiarach naukowych. Pod okresem wstępnym rozumiemy tę część pomiaru, kiedy ustala się ruch ciepła pomiędzy kalorymetrem a bombą i otoczeniem, sądzimy o tym z sekundowych przyrostów temperatury, odczytując je i notując. Kiedy te różnice temperatur ustalą się, włącza się na chwilę prąd elektryczny, następuje spalanie brykietu, co rozpoczyna właściwy, główny pomiar. Podczas tej części pomiaru notuje się w tych samych odstępach czasu początkowo szybko wzrastającą temperaturę wody aż do chwili, gdy osiągnie swe maximum, odkąd rozpoczyna się zakończenie pomiaru, podczas którego również notujemy temperatury wody w stałych i tych samych odstępach czasu aż do usta-

lenia się różnic pomiędzy dwoma odczytami, podobnie jak to było w pomiarze wstępnym. Jeżeli oznaczymy przez τ_1 i $\Delta\tau_1$, średnią temperaturę i jej zmiany sekundowe podczas pomiaru wstępnego, podobnie przez τ_2 i $\Delta\tau_2$ podczas zakończenia pomiaru, przez $t_1, t_2, t_3, \dots, t_n$ odczyty temperatury podczas pomiaru głównego, a przez n ilość tych spostrzeżeń, to ogrzanie się wody w kalorymetrze, przy uwzględnieniu poprawki na promieniotwanie Δt według Regnault-Pfaundler-Stohmanna, wyrazi się związkiem:

$$t_n - t_1 + \Delta t = t_n - t_1 + \frac{\Delta\tau_1 - \Delta\tau_2}{\tau_2 - \tau_1} \left[\frac{t_n - t_1}{9} + \frac{t_1 + t_n}{2} + \right. \\ \left. + \sum^{n-1} (t_n) - n \tau_1 \right] - (n-1) \Delta\tau_1.$$

Wartość opałową teoretyczną paliwa W_t , t. j. ilość kalorji, która się wydzieli przy zupełnym spalaniu 1 kg i ochłodzeniu się produktów spalania do 20° C, znajdziemy ze związku:

$$W_t = \frac{(Q + C)(t_n - t_1 + \Delta t) - c_1 - c_2}{g},$$

gdzie Q oznacza ilość wody ogrzanej w kalorymetrze przy spalaniu paliwa, C — stałą urządzenia, g — ciężar brykietu, c_1 — ilość ciepła wydzieloną przy spalaniu nitki bawełnianej, żelaznej lub kolloidum, użytych do zapalania brykietu, zaś c_2 — ilość ciepła związaną z tworzeniem się kwasu azotowego podczas spalania. Ta ostatnia wielkość jest tak mała, że w pomiarach technicznych pomijamy ją. Poprawkę c_1 , powstałą wskutek spalania bawełny, żelaza lub kolloidum, oznaczamy, przyjmując ciepło spalania 1 gr: bawełny 4200 kal, żelaza na FeO , Fe_2O_3 — 1600 kal, kolloidum — 2500 kal.

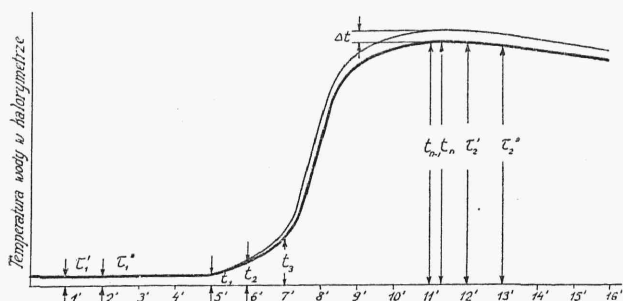
Oznaczanie stałej C kalorymetru odbywa się w ten sposób, że spalamy w nim materiał o znanej wartości opałowej i przy pomocy ostatniego związku obliczamy C :

$$C = \frac{W_t g + c_1 + c_2 - Q(t_n - t_1 + \Delta t)}{t_n - t_1 + \Delta t}.$$

Jako materiałów do oznaczenia stałej kalorymetru używamy: cukru trzcinowego (saccharosa) 3945 kal/kg, naftaliny 9612 kal/kg, kwasu benzoowego 6311 kal/kg.

Ponieważ każdy pomiar nie jest wolnym od szeregu błędów kalorymetrycznych i termometrycznych, których uwzględnienie jest związane z poważnemi trudnościami, aby uniknąć następstw tych błędów należy oznaczenie stałej wartości kalorymetru wykonywać w takich samych warunkach jak i normalnych pomiarów, a więc spalać należy brykiet, dający również około 6 kal ciepła. Dokładność pomiaru może z łatwością osiągnąć 0,5%.

Poprawka przyrostu temperatury wprowadza się z tego powodu, że podczas pomiaru kalorymetrycznego, dzięki promieniowaniu oraz zetknięciu się z powietrzem i podstawą termostatu, kalorymetr oddaje lub



Rys. 70.

nie było tych dodatkowych wpływów, przebieg temperatur przedstawiałaby krzywa cienko nakreślona. Poprawka, obliczona według wzoru Regnault-Pfaundler-Stohmanna, przedstawia na tym wykresie odcinek Δt .

Cyfry ujęte w tabelce na str. 109 oraz przeliczony obok przykład ilustrują zmiany temperatur wody w kalorymetrze podczas przebiegu spalania w bombie węgla, pochodzącego z jednej z kopalń Zagłębia Dąbrowskiego, oraz sposób zużytkowania uzyskanych obserwacji do oznaczenia jego wartości opałowej teoretycznej.

Spalanie materiałów opałowych płynnych odbywa się w ten sam sposób, co i stałych z tą tylko różnicą, że, zamiast tworzenia w prasce brykietka, wlewa się próbkę do tygielka platynowego, a zapłon uskutecznia się zapomocą nitki bawełnianej, której jeden koniec zanurzony jest w paliwie, a drugi obwinięty dookoła drucika platynowego, łączącego obie końcówki elektryczne wewnątrz bomby i rozgrzewanego w chwili spalania prądem elektrycznym.

Ilość ciepła, wywiązana przy spalaniu w kalorymetrze próbki i odniesiona do 1 kg paliwa, nosi nazwę wartości opałowej teoretycznej. Jeżeli jednak temperatura produktów spalania nie opadnie tak nisko, żeby para wodna, powstała z utlenienia wodoru (woda chemiczna) i z odparowania wilgoci (woda hygroskopijna), mogła się całkowicie skroplić, co ma zawsze miejsce przy spalaniu technicznym, to spaliny uniosą ze sobą ciepło parowania. Dzięki temu wywiązuje się w palenisku mniejsza ilość ciepła, odpowiadająca tylko t. zw. wartości opałowej użytecznej. Co do tego, od jakiego poziomu porównawczego liczyć należy ciepło, unoszone z parą w spalinach przy oznaczaniu użytecznej wartości opałowej, dotąd porozumienie ogólne nie nastąpiło, przeważnie oblicza się wartość opałową użyteczną przez odjęcie od wartości teoretycznej

pobiera ciepło, a przyrost temperatury końcowej nie jest wynikiem wyłącznie doprowadzonego ciepła podczas spalania, lecz także innych czynników. Jeżeli zmiany temperatury podczas pomiaru przedstawia krzywa grubo narysowana na rys. 70, to gdyby

600 ($w_1 + w_2$) czyli przyjmuje się, że para w spalinach skraplając się, oddaje 600 *kal/kg* zaś w_1 i w_2 oznacza zawartość w kilogramie paliwa wody hygroskopijnej i wody chemicznej. Pierwszą wielkość oznacza się przez suszenie, drugą przez oznaczanie zawartości wodoru w próbce paliwa, spalonej w piecu analitycznym.

Przykład.

Oznaczanie wartości opałowej
kalorymetrem Kroekera Nr.

Węgla z kopalni XX,
Pokład YY, orzech II.
Dnia 7.X.1924 $b_0 = 737,2$

Temperatura pracowni $22^{\circ}C$
Długość nitki 120 mm
 $c_1 = 21,8 \text{ kcal}$

PALIWO		WODA	
Brutto	9,5887	Brutto	2300
Tara	8,5327	Tara	550
	1,0560	Netto Q	1750
Niś	0,0053	wartość wodna C	347
Netto, $g = 1,0507$		$Q + C = 2097$	

P O M I A R						
№	wstępny		główny		zakończenie	
	τ_1	$\Delta \tau_1$	t	z popr. term	τ_2	$\Delta \tau_2$
1.			16,400	—	19,293	—
			16,850	—	19,291	0,002
			18,650	—	19,280	0,009
			19,156	—	19,270	0,010
	16,126	+	19,256	—	19,261	0,009
	16,130	0,004	19,295	—	19,251	0,010
	16,134	0,004				
Suma	48,390	0,008			115,646	0,040
Średn.	16,130	0,004			19,274	0,008

Wobec tego, że:

$$t_2 - t_1 = 0,45, t_1 + t_n = 35,695, \Sigma_1^{n-1} (t) = 90 \overset{3}{(2)} 12, n = 6, t_n - t_1 = 2,895,$$

poprawka temperatury ze względu na promieniowanie:

$$\Delta t = \frac{\Delta \tau_1 - \Delta \tau_2}{\tau_2 - \tau_1} \left[\frac{t_2 - t_1}{9} + \frac{t_1 + t_n}{2} + \sum_1^{n-1} (t) - n\tau_1 \right] - (n-1) \Delta \tau_1$$

$$\Delta t = \frac{0,004 + 0,008}{19,274 - 16,130} \left(\frac{0,45}{9} + \frac{35,695}{2} + 90,212 - 6 \cdot 16,130 \right) - 5 \cdot 0,004 = 0,109,$$

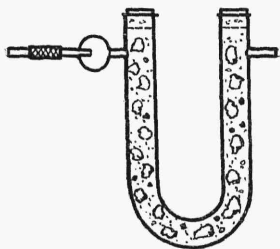
zaś

$$W_t = \frac{(Q + C)(t_n - t_1 + \Delta t) - c_1}{g}$$

$$W_t = \frac{2097(2,895 + 0,109) - 21,8}{1,0507} = 6755,5 \text{ kal/kg.}$$

Wartość opałową użyteczną paliwa można znaleźć także przy pomocy bomby kalorymetrycznej. Pomiar taki polega na tem, że, po spaleniu próbki paliwa w bombie w opisany wyżej sposób, przepuszcza się zawartość bomby, t.j. gazy powstałe po spaleniu czyli spaliny, przez naczynia pochłaniające wodę, a przez ważenie tych naczyń przed absorbcją i po absorbcji oznacza się ilość pochłoniętej wilgoci w odniesieniu do ilości spalonego paliwa i do stanu wilgotności, w jakim brykietek został do bomby wprowadzony, a więc $(w_1 + w_2)$.

Zatem w celu oznaczenia wartości opałowej użytecznej, po normalnem spaleniu próbki paliwa w bombie, łączymy ją przy pomocy specjalnie wkręcanych w pokrywę rurek metalowych oraz rurek gumowych (patrz rys. 68) z naczyniem absorbcyjnym, chłoniącym wilgoć, a wypełnionem chlorkiem wapna (CaCl_2). Jest to rurka, wygięta w kształcie litery U (rys. 71), z przytopionemi dwiema cienkimi rureczkami, zamknięta korkami zwykłemi lub szklanemi, w każdym razie, zupełnie szczelnemi; korki drzewne po zalaniu ich woskiem, pakiem lub lakiem, dają zupełną gwarancję szczelności. Przy wypełnianiu rurek chlorkiem wapna dobrze jest poprzedziłać go warstwami waty szklanej, aby uniknąć zalewania się rurek pod wpływem pochłanianej wilgoci. W tym również celu przed naczynkiem, na drodze gazów, rurka łącząca się z bombą wydmuchana jest w kulkę, w której osadza się znaczna ilość wilgoci, nie dochodząc do wnętrza naczynia. Po skończonym doświadczeniu i zważeniu można przy pomocy bibuły sączkowej wodę z kulki usunąć, chro-

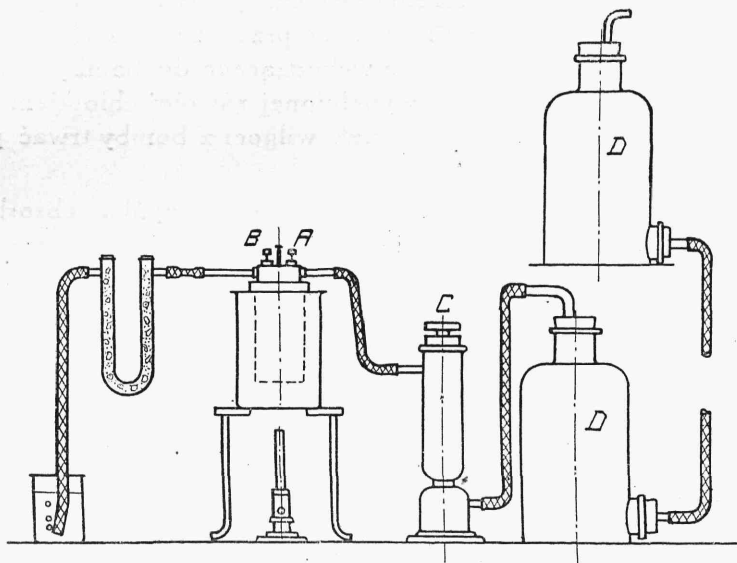


Rys. 71.

W tym celu przed naczynkiem, na drodze gazów, rurka łącząca się z bombą wydmuchana jest w kulkę, w której osadza się znaczna ilość wilgoci, nie dochodząc do wnętrza naczynia. Po skończonym doświadczeniu i zważeniu można przy pomocy bibuły sączkowej wodę z kulki usunąć, chro-

niąc tą drogą chlorek wapna od zużycia. Przy połączeniu z bombą należy uważać by obie rurki, metalowa bomby i szklana naczynia absorbcyjnego, stykały się ze sobą bezpośrednio wewnątrz rurki gumowej, by tam nie mogła osadzać się woda, którą trudno później uwzględnić.

Po wypełnieniu naczynka absorbcyjnego chlorkiem wapniowym należy go nasycić bezwodnikiem węglowym, a w tym celu łączy się naczyn-



Rys. 72.

ko z aparatem Kippa, w którym znajduje się marmur z rozcieńczonym kwasem solnym, i przepuszcza strumień bezwodnika przez czas około $\frac{1}{2}$ godziny, poczem, po zamknięciu połączenia od zewnątrz, pozostawia się chlorek wapna przez całą dobę pod ciśnieniem gazu, wypełniającego aparat Kippa. Po zestawieniu całego urządzenia, a przed rozpoczęciem pomiaru należy wypróbować je na szczelność.

Przez otwarcie w bombie zaworu B (rys. 72) od strony naczynka absorbcyjnego, przepuszczamy przez nie produkty spalania w sposób dowolny, aż do zupełnego wyrównania się ciśnienia w bombie z atmosferą. Regulowanie odpływu gazu z bomby przy pomocy zaworka odbywać się powinno nader ostrożnie, gdyż przy dużym ciśnieniu panującym w bombie, łatwo o wysadzenie korków z naczynia absorbcyjnego, zerwanie połączeń i t. p., a poza tem przy szybkim prądzie gazów niema pewności czy cała ilość wilgoci została podczas zetknięcia się z chlorkiem wapna pochłonię-

ta. Do obserwowania szybkości przepływu zanurza się drugi koniec naczynka, przedłużony przy pomocy rurki szklanej lub gumowej do zlewki z wodą, przyczem szybkość podnoszenia się baniek gazu powinna być taka, by je jeszcze można było liczyć.

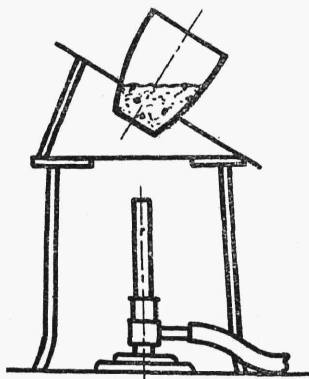
Gdy gaz przestaje się już wydobywać z bomby po wyrównaniu swego ciśnienia z otoczeniem, wstawiamy ją do kąpeli oliwnej lub glicerynowej o temperaturze $105 - 110^{\circ}\text{C}$ i przepuszczamy przez bombę prąd suchego powietrza w celu wydalenia pozostałej wewnątrz wilgoci. Ruch powietrza uzyskuje się przez wtłaczanie go przez zaworek *A* przy pomocy aspiratora *D*, zaś suszenie powietrza wchodzącego do bomby odbywa się w szklanej wieży absorbcyjnej *C*, wypełnionej również chlorkiem wapniowym (patrz rys. 72). Usuwanie resztek wilgoci z bomby trwać powinno 1 do $1\frac{1}{2}$ godziny.

Po zważeniu starowanego poprzednio naczynka absorbcyjnego otrzymujemy ilość wody fizycznej i chemicznej, wydzielonej przy spalaniu czyli $(w_1 + w_2)$, więc wartość opałowa użyteczna

$$W_u = W_t - 600 (w_1 + w_2) \text{ kal/kg.}$$

4. Oznaczanie zawartości popiołu.

Oznaczanie zawartości popiołu w próbce odbywa się w ten sposób, że paliwo rozdrobnione w moździerzu i przesiane przez sito o gęstości 225 oczek na 1 cm^2 ogrzewa się w ilości 2—5 gr w otwartym tyglu platynowym na palniku gazowym (rys. 73) aż do chwili, gdy pozostałość mieć będzie kolor jasny, bez domieszek niespalonego węgla. Ogrzewanie powinno się odbywać stopniowo, aby wydzielające się gwałtownie gazy nie porywały cząsteczek drobnego węgla i nie rozpylały go po za tygłem. Dopiero po odgazowaniu próbki stopniowo podnosimy temperaturę aż do miernej czerwoności tygla. Szczególniej przy spiekającym się węglu temperaturę należy podnosić bardzo wolno.



Rys. 73.

Aby przyspieszyć spalanie węgla i ułatwić dostęp powietrza do tygla wskazane jest ustawienie go pochyło w płytce azbestowej, jak na rysunku 73. Różnicą ciężarów tygla przed i po spalaniu, w odniesieniu do jednostki masy badanego paliwa, daje zawartość w nim popiołu.

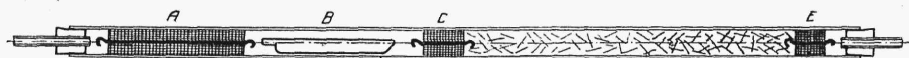
5. Oznaczanie zlewności żużla.

W pewnych wypadkach, w celu scharakteryzowania zachowania się węgla w palenisku, przeprowadza się próby na zlewność żużla a to w ten sposób, że żużel roztarty miesza się z gumą arabską i po utworzeniu ostrosłupa o podstawie 50 mm a wysokości 35 mm ustawia się go w piecu mufowym pomiędzy stożkami Segera o różnej topliwości. Rozpłynięcie się jednocześnie badanego żużla z jednym ze stożków Segera wskazuje na temperaturę topliwości żużla.

6. Oznaczanie zawartości węgla i wodoru w paliwie drogą analizy elementarnej.

Oznaczanie tych istotnych dla paliwa składników t. j. C i H odbywa się w ten sposób, że odważoną próbkę badanego materiału spalamy w szklanej rurze w strumieniu tlenu za pomocą tlenku miedzi (CuO) w odpowiedniej temperaturze, a uchodzące produkty spalania poddajemy analizie, mianowicie zawartość bezwodnika węglowego oznaczamy przez pochłanianie go przy pomocy stężonego roztworu ługu potasowego (KOH), zaś pary wodnej przy pomocy chlorku wapniowego ($CaCl_2$).

Odbywa się to w t. zw. piecu Liebiga (rys. 75), który składa się z rury szklanej o średnicy wewnętrznej 12—15 mm \varnothing , grubości ścianek około 2 mm, i długości około 1000 mm, spoczywającej na metalowym ruszto-

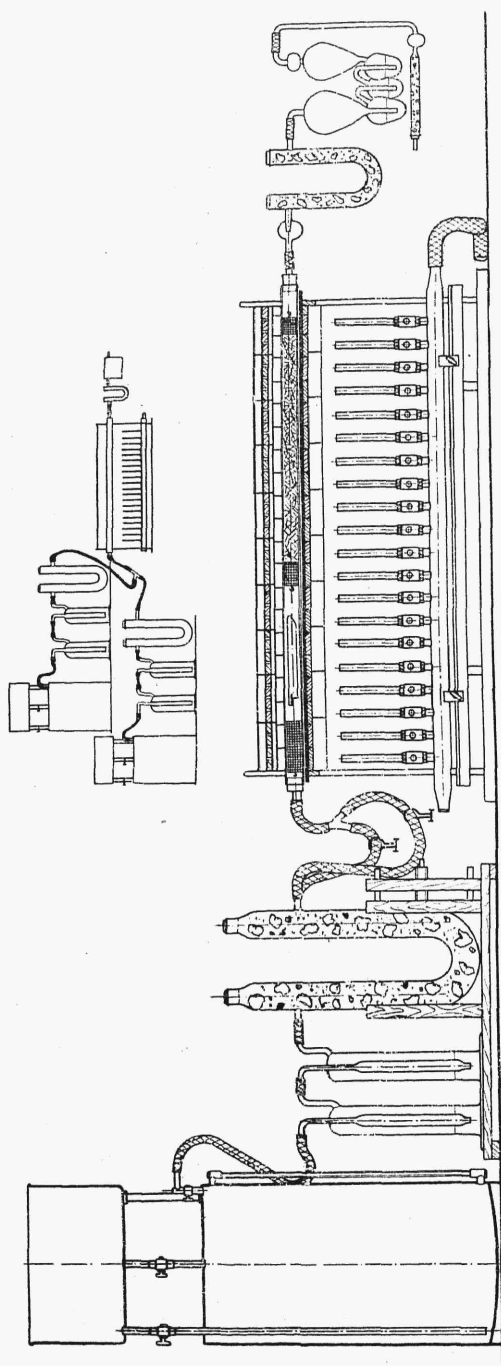


Rys. 74.

waniu, wyścielonym masą ogniotrwałą i nakrytej odpowiedniego kształtu kaflami. Pod rurą znajduje się około 20—30 palników bunzenowskich, pozwalających się pojedynczo gasić oraz regulować co do wielkości płomienia; z obu stron rura zatkana jest korkami gumowymi z przechodzącymi przez nie rurkami szklanymi.

Rura wypełniona jest w ten sposób, że tuż za korkiem z rurką (rys. 74) znajduje się cylindryczny zwoj (A) siatki miedzianej, nawiniętej na również miedziany 2 mm \varnothing drut z uszkiem. Ten zwoj drutu, długości około 100 mm, wypełniać powinien całkowicie przekrój rury, jednak dawać się bez trudności z niej wyjmować za wystające uszko miedziane przy pomocy innego haczykowato wygiętego drutu miedzianego. Za zwojem siatki umieszcza się czółenko porcelanowe lub platynowe (B), w którym znajduje się substancja mająca uleżeć spaleniowi; za czółenkiem, w odległości kilkudziesięciu

milimetrów, wsunięty jest podobny zwój siatki miedzianej na drucie (C),



Rys. 75.

jak poprzednio opisany, lecz długości 20 do 30 mm, a stanowiący rodzaj korka dla tlenku miedzi (CuO) wypełniającego szczelnie resztę rury na długości około 500 mm i zamkniętego takim samym drugim korkiem (E) z siatki miedzianej. Tlenek miedzi używany jest do tego celu w postaci cienkich drucików. Wreszcie drugi koniec rury zaopatrzony jest również korkiem gumowym z wystającą nazewnątrz rurką gumową.

Przebieg pomiaru jest następujący. Przed wprowadzeniem do rury czółenka z próbką przepuszcza się przez rurę, ogrzewaną palnikami pieca, strumień powietrza z gazomierza (rys. 75), aby odprowadzić wilgoć z jej wnętrza i uwolnić od części organicznych oraz utlenić siatki miedziane. Strumień powietrza musi być suchy, przepuszcza się więc go przez aparaty suszące, t. zw. wieże absorbcyjne, wypełnione kolejno ługiem potasowym, kwasem siarkowym stężonym i chlorkiem wapniowym. Po wyżarzeniu rury gasi się palniki i przepuszcza dalej powietrze aż do jej ostudzenia, poczem jest ona gotową do przeprowadzenia w niej spalania.

Więc po usunięciu z rury od strony gazomierza kor-

ka i zatyczki *A*, zrobionej z siatki miedzianej, wprowadza się tam czółenko z dobrze roztartą i sproszkowaną próbką paliwa w ilości 0,2—0,3 gr, zważoną z dokładnością do 0,0001 gr, poczem doprowadza się rurę do poprzedniego stanu, wkładając zwój siatki i zatykając korkiem i łączy się ją przy pośrednictwie takich, jak poprzednio opisane, aparatów absorbcyjnych z innym gazomierzem, wypełnionym tlenem, natomiast z przeciwnego końca rury przyłączamy przyrządy do pochłaniania powstających przy spalaniu CO_2 i H_2O .

Do pochłaniania wilgoci używamy rurki zgiętej w kształcie litery U (patrz rys. 71), wypełnionej chlorkiem wapniowym (CaCl_2). Ramię tego aparatu, łączące się z rurą do spaleń, wydęte jest w kulkę, w której zbiera się skraplająca się para wodna i przez to odciąża się działalność chlorku wapniowego, oszczędzając go w ten sposób. Przy napełnianiu rurki gąbczastym chlorkiem wapniowym dobrze jest przedzielić go warstwami waty szklanej. Przed użyciem tego aparatu należy go nasycić bezwodnikiem węglowym przez przepuszczanie przezeń strumienia CO_2 z aparatu Kippa w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny i, po zamknięciu wylotu zewnętrznego, pozostawienie rurki pod ciśnieniem gazu, wypełniającego aparat Kippa przez całą dobę, poczem należy bezwodnik węglowy z rurki usunąć przy pomocy strumienia suchego powietrza.

Do pochłaniania bezwodnika węglowego stosujemy t. zw. naczynia Liebiga, Geisslera i t. p., wykonane jako płóczki, zmuszające gaz do możliwie intensywnego stykania się, w tym wypadku, z ługiem potasowym stężonym (1 : 2).

Obydwa te przyrządy waży się, zawieszając je na wadze przy pomocy uszek, zrobionych z drucika aluminiowego. Same przyrządy powinny być wykonane możliwie lekko dla podniesienia dokładności oznaczeń.

Tak więc po zestawieniu, całe urządzenie składać się będzie z dwóch gazometrów (część górna rys. 75), jednego z tlenem (tlen pochodzić powinien ze skroplonego powietrza, a nie z elektrolizy ze względu na możliwą domieszkę wodoru), drugiego — z powietrzem, z których wydobywające się pod ciśnieniem gazy przechodzić mogą przez dwie identyczne płóczki, a mianowicie przez płóczkę z KOH , H_2SO_4 oraz przez podkowiate rurki z CaCl_2 , poczem obydwie strumienie schodzą się przed rurą spaleń tak, że możemy przez nią dowolnie, dzięki stosowaniu kurków szklanych lub ściskaczy, kierować jeden lub drugi strumień, t. zn. powietrza lub tlenu, regulując jego intensywność przy pomocy ściskacza śrubkowego. Dalej urządzenie składa się z opisanego poprzednio właściwego pieca z rurą, zawierającą zwój siatki miedzianej, czółenko z próbką paliwa i dalej między dwoma zwojami siatki miedzianej—tlenek miedzi. Wreszcie po za rurą spaleń znajdują się zważone naczynka absorbcyjne, zawierające chlorek wapna do oznaczania wydzielonej przy spalaniu pary wodnej oraz naczynko z ługiem potasowym do oznaczania ilości wytwarzanego pod-

czas spalania bezwodnika węglowego. Po właściwym połączeniu ze sobą poszczególnych przyrządów należy wypróbować urządzenie na szczelność w ten sposób, że zamknąwszy wylot zewnętrznego przyrządu t. j. płóćki do pochłaniania CO_2 i otworzywszy dopływ tlenu z gazometru obserwujemy płóćkę; po wyrównaniu się ciśnień nie powinniśmy dojrzeć w niej baniek przepływającego gazu, w przeciwnym razie mamy do czynienia z nieszczelnością, którą należy usunąć.

Jeżeli układ połączeń okaże się szczelnym, przystępujemy do spalania próbki. W tym celu zapalamy palniki gazowe pieca pod połową warstwy tlenku miedzi od strony zważonych naczynek absorbcyjnych oraz parę palników skrajnych po stronie przeciwnej i przepuszczamy przez rurę słaby strumień tlenu z gazometru tak, by bańki ukazujące się w naczyniach absorbcyjnych można było liczyć. Stopniowo w ciągu kilkunastu minut zapalamy kolejno palniki w kierunku ku środkowi rury, szybciej od strony tlenku miedzi, niż od strony gazometrów, regulując stopniowo ogrzanie się rury i tempo spalania próbki w czółenku przy pomocy palników i rozgrzanych kaflów. Pożądane jest, by bezpośrednio pod czółenkiem nie ogrzewać rury przy pomocy zapalonych palników a raczej zapomocą rozgrzanych kaflów, gdyż w ten sposób niezmiernie ważną szybkość spalania możemy z łatwością regulować, nadając procesowi właściwe, niezbyt szybkie tempo. Gdy rura uległa już właściwemu rozżarzeniu, powiększamy nieco strumień tlenu, jednak tak, by z rury wydzielało się tylko CO_2 , co poznajemy po zupełnej absorbcji baniek w ostatnim naczyniu. Wreszcie, gdy próbka uległa spalaniu i z naczynek absorbcyjnych wydziela się już tlen, co poznajemy choćby przytykając do wylotu żarzącą się zapalkę, usuwamy rosę, osiadłą na końcu rury, ogrzewając ją rozgrzanymi kaflami, aż do zupełnego usunięcia śladów wody, poczem przerywamy strumień tlenu, a przez 10 do 15 minut przepuszczamy słaby strumień suchego powietrza z drugiego gazometru. Właściwe spalanie jest zakończone i pozostaje tylko zważenie naczynek absorbcyjnych, które po odłączeniu zamykamy przez wsunięcie pręcików szklanych do rurek gumowych i pozostawiamy na przeciąg godziny w pokoju wagowym, poczem dopiero wazymy.

Ług w płóćce może służyć do paru analiz, zaś o przydatności chlorku wapniowego do dalszych analiz sądzimy z jego wyglądu, to znaczy o ile zachował swą pierwotną strukturę.

Jeżeli jako wynik ważenia otrzymaliśmy przyrost ciężaru naczynka z chlorkiem wapna g_1 , z ługiem potasowym g_2 , zaś wilgotność paliwa stanowiła w %, to znajdziemy, przy ciężarze próbki G , zawartość procentową:

$$\text{wodoru} \quad \frac{1}{9} \cdot \frac{g_1}{G} \cdot 100 - w = (11,19 \frac{g_1}{G} - w) \%.$$

$$\text{węgla} \quad \frac{12}{44} \cdot \frac{g_2}{G} \cdot 100 = 27,27 \frac{g_2}{G} \%$$

Przy wprawie można uzyskać wyniki oznaczeń z błędem dla węgla do 0,2%, zaś dla wodoru do 0,3%.

7. Oznaczanie zawartości części lotnych paliwa.

Oznaczanie zawartości części lotnych paliwa odbywa się w ten sposób, że około 1 gr badanej substancji w stanie sproszkowanym ogrzewa się na palniku bunzenowskim w dobrze nakrytym pokrywką tygłu platynowym o wysokości co najmniej 3 cm. Płomień palnika powinien być nie niższy jak 18 cm. Z chwilą, gdy z pod pokrywki przestają się ulatniać gazy, tygiel z zawartością, po ochłodzeniu, waży się. Różnica ciężarów przed po prażeniu odniesiona do jednostki masy, daje zawartość części lotnych.

Oznaczenia te mają wartość względną, gdyż przy różnych tygłach otrzymuje się wyniki różniące się nieco od siebie.

III. Analiza spalin.

Spaliny z palenisk przemysłowych lub silników wybuchowych zawierać powinny tylko bezwodnik węglowy (CO_2), azot powietrza (N_2) i tlen pochodzący z nadmiaru powietrza (O_2), lecz przy niezupełnem spalaniu węgla występuje także tlenak węgla (CO). Przy spalaniu bardzo bogatych gazów może być w spalinach pewna ilość niespalonego metanu, lecz wówczas właściwsze jest stosowanie metody używanej do analizy gazów przemysłowych, niż do spalin. Poza tem zawsze jest w samych spalinach mniejsza lub większa ilość pary wodnej, jako produktu spalania wodoru oraz odparowania wody hygroskopijnej paliwa, ta jednak, przepływając do aparatu mierniczego, tak się ochładza, że następuje jej skroplenie, a zatem zmniejszenie się objętości parę tysięcy razy, dzięki temu podczas analizy jej nie wykrywamy i obecność jej pomijamy.

Tak więc ostatecznie w spalinach wykryć należy CO_2 , O_2 , CO i N_2 , przyczem suma tych trzech pierwszych składników oraz pary wodnej stanowić powinna 21% objętościowo, zaś azotu, nie biorącego zresztą udziału w reakcjach, powinno być 79%. Wobec tego jednak, że para wodna skraplając się tak bardzo zmniejsza swą objętość, pozostałe składniki łącznie z azotem, na zasadzie prawa Daltona, zajmują jej miejsce, dzięki czemu w spalinach wykrywa się azotu więcej niż 79% i to tem więcej, im więcej w paliwie było wodoru i wilgoci. Dla suchego koksu wartość ta jest bliska 79%, dla gazu świetlnego wynosi około 84 do 85%, dla węgla kamiennego 80 do 82% i t. d. Stąd widać, że wykrywany drogą analizy skład spalin jest