



Produkcja • Sprzedaż • Serwis



Projektowanie • Programowanie

KALORYMETR

KL-12Mn2



INSTRUKCJA OBSŁUGI

*Aktualizowana: 12 czerwca 2017 roku
Zgodna dla oprogramowania od wersji: 2.6.0.1*

Spis treści

1	WAŻNE INFORMACJE PRZED ROZPOCZĘCIEM UŻYTKOWANIA KALORYMETRU	5
1.1	WAŻNE INFORMACJE DOTYCZĄCE KALORYMETRU	5
1.2	WAŻNE INFORMACJE DOTYCZĄCE BOMBY KALORYMETRYCZNEJ.....	6
2	OPIS OGÓLNY	8
2.1	PRZEZNACZENIE KALORYMETRU.....	8
2.2	ZASADA POMIARU KALORYMETRYCZNEGO	8
2.3	OPIS TECHNICZNY I PODSTAWY PRACY KALORYMETRU.....	9
3	CHARAKTERYSTYKA TECHNICZNA KALORYMETRU	11
4	ZASILANIE KALORYMETRU	11
5	WYBRANE INFORMACJE DOTYCZĄCE BUDOWY	12
6	PRZEPROWADZANIE BADAŃ	14
6.1	WARUNKI PROWADZENIA BADAŃ	14
6.2	CZYNNOŚCI PODCZAS WYKONYWANIA BADANIA	14
6.3	CZYNNOŚCI PO ZAKOŃCZENIU BADANIA.....	16
7	PROGRAM STERUJĄCY KALORYMETREM	17
7.1	OPIS SKRÓTÓW I SYMBOLI STOSOWANYCH W PROGRAMIE.....	17
7.2	URUCHOMIENIE PROGRAMU	18
7.3	ZŁĄCZE TRANSMISYJNE DO PRZESYŁU DANYCH	18
7.4	GŁÓWNE OKNO PROGRAMU	19
7.5	TABELA WYKONANYCH PRÓB	20
7.6	PRÓBY.....	21
7.6.1	WPROWADZANIE DANYCH O PRÓBCE	21
7.6.2	PROCES POMIARU TEMPERATURY	23
7.6.3	USUWANIE ZAPISU PRÓBY Z BAZY DANYCH.....	24
7.6.4	OBLICZENIA CIEPŁA SPALANIA I WARTOŚCI OPAŁOWEJ	24
7.6.5	PRZEGLĄDANIE DANYCH SZCZEGÓŁOWYCH.....	25
7.6.6	WYDRUK PROTOKOŁU ANALIZY	27
7.6.7	OBLICZANIE ŚREDNICH WARTOŚCI WYNIKÓW ANALIZ (STATYSTYKA WYNIKÓW).....	27
7.7	BAZA DANYCH	29
7.7.1	EKSPORT DANYCH DO PLIKU ZEWNĘTRZNEGO	30
7.7.2	KOPIA BEZPIECZEŃSTWA.....	30
7.8	BOMBY.....	32
7.8.1	REJESTR BOMB	32
7.8.2	OBLICZANIE STAŁEJ K	34
7.9	USTAWIENIA.....	35
7.9.1	JĘZYK	35
7.9.2	DANE UŻYTKOWNIKA	35
7.9.3	DANE KALORYMETRU.....	36
7.9.4	WYBÓR JEDNOSTKI.....	36
7.9.5	PORT KOMUNIKACYJNY	37
7.9.6	TESTY KALORYMETRU.....	37
7.9.7	O PROGRAMIE.....	37

8	OPIS CZYNNOŚCI POMOCNICZYCH	39
8.1	PRZYGOTOWANIE STANOWISKA DO NAPEŁNIANIA BOMBY TLENEM	39
8.2	PRZYGOTOWANIE PŁASZCZA WODNEGO KALORYMETRU	40
8.3	WYZNACZENIE (OBLICZENIE) I ZAPAMIĘTANIE STAŁEJ KALORYMETRU K	41
8.4	PRZYGOTOWANIE PRÓBKII BADANEJ SUBSTANCJI (PALIWA).....	42
8.4.1	PRZYGOTOWANIE SUBSTANCJI (PALIWA)	42
8.4.2	UMIESZCZENIE SUBSTANCJI (PALIWA) W TYGLU.....	42
8.4.3	WYKORZYSTANIE PRASKI (PASTYLKARKI).....	44
8.4.4	DRUT ZAPŁONOWY (OPOROWY) I JEGO ZAMOCOWANIE.....	45
8.5	PRZYGOTOWANIE BOMBY KALORYMETRYCZNEJ DO PRÓBY	46
8.5.1	MONTAŻ BOMBY	46
8.5.2	NAPEŁNIANIE BOMBY TLENEM	46
8.6	UMIESZCZENIE BOMBY W KALORYMETRZE	49
9	WYPOSAŻENIE UZUPEŁNIAJĄCE	50
10	UWAGI DOTYCZĄCE PRZECHOWYWANIA ORAZ SERWISOWANIA	52
10.1	MAGAZYNOWANIE I TRANSPORT	52
10.2	NAPRAWA I SERWIS BOMBY KALORYMETRYCZNEJ I PRZEWODÓW ZAPŁONOWYCH	52
10.3	NAPRAWA I SERWIS POZOSTAŁYCH ELEMENTÓW KALORYMETRU	53
11	METODOLOGIA OBLICZEŃ	54
11.1	WZÓR NA CIEPŁO SPALANIA.....	54
11.2	WYZNACZANIE POJEMNOŚCI CIEPLNEJ KALORYMETRU (STAŁEJ KALORYMETRU).....	54
12	POZOSTAŁE INFORMACJE I ZALECENIA	58
13	SPECYFIKACJA PRODUKTU	59
14	DANE KONTAKTOWE PRODUCENTA KALORYMETRU	60
	WARUNKI GWARANCJI	61
	KARTA GWARANCYJNA	63
	ŚWIADECTWO SPRAWDZENIA KALORYMETRU	64
	DEKLARACJA ZGODNOŚCI	65
	NOTATKI I UWAGI SERWISU PRODUCENTA.....	66

1 Ważne informacje przed rozpoczęciem użytkowania kalorymetru

Prosimy koniecznie zapoznać się z tym rozdziałem, aby uniknąć doprowadzenia do awarii kalorymetru lub niebezpiecznego użytkowania bomby kalorymetrycznej!

Wszystkie informacje podane jako specjalnie wyróżnione (**wytluszczone**, podkreślone lub **zakreślone**), są szczególnie istotne dla poprawnej i bezpiecznej eksploatacji kalorymetru, a także dla uzyskiwania najlepszych efektów jego pracy.

1.1 Ważne informacje dotyczące kalorymetru

Kalorymetr jest urządzeniem mikroprocesorowo-komputerowym i wraz z komputerem PC wykorzystywanym do jego pracy stanowi integralną całość. Nie jest zatem przyrządem laboratoryjnym z dołączonym do niego komputerem. W związku z tym komputer nie może być wykorzystany bez zgody producenta kalorymetru do innych celów i nie może być również samodzielnie serwisowany lub wymieniany.

Komputer z zainstalowanym przez producenta kalorymetru systemem operacyjnym (Microsoft Windows XP; Vista; 7; 8; 8,1 lub 10) i dedykowanym oprogramowaniem jest bardzo mocno zintegrowany i współzależny z elektroniką mikroprocesorową oraz układem pomiarowym.

Jakakolwiek samodzielna ingerencja w zainstalowany w komputerze system operacyjny oraz dedykowane oprogramowanie może być przyczyną wadliwego funkcjonowania kalorymetru, a nawet jego uszkodzenia. Zostało to zaznaczone w karcie gwarancyjnej kalorymetru. W przypadku, gdy do kalorymetru została dołączona płyta zawierająca kopię oprogramowania należy pamiętać, że nie służy ona do samodzielnej jego reinstalacji (odinstalowywania i ponownego instalowania) w komputerze.

Poprawnie instalacja może być wykonana wyłącznie przez wykwalifikowany serwis producenta, który przeprowadzi odpowiednią integrację, kalibrację oraz testy zestawu pomiarowo-mikroprocesorowo-komputerowego, konieczne do poprawnej pracy całego kalorymetru.

W razie wystąpienia konieczności reinstalacji oprogramowania lub doinstalowania innego oprogramowania, niezwiązanego z kalorymetrem, przed podjęciem jakichkolwiek samodzielnych operacji, prosimy o skontaktowanie się z producentem kalorymetru, aby nie doprowadzić do utraty gwarancji lub uszkodzenia kalorymetru.

Kalorymetr jest precyzyjnym urządzeniem laboratoryjnym, które dla zachowania jego prawidłowego działania powinno być poddawane regularnym przeglądom technicznym, wykonywanym przez uprawniony serwis producenta. **Maksymalny czas pracy kalorymetru pomiędzy przeglądami nie powinien być dłuższy niż 1 rok. Decyzję o wydłużeniu tego okresu użytkownik podejmuje wyłącznie na własną odpowiedzialność.** Każdy kalorymetr posiada swój indywidualny numer fabryczny, który wraz z datą dokonanego przeglądu, podany jest na świadectwie sprawdzenia.

W żadnym wypadku nie powinno się samodzielnie dokonywać przeglądów, ani też wymieniać jakichkolwiek elementów kalorymetru (w tym komputera). Ingerencja w konstrukcję i oprogramowanie kalorymetru naraża jego użytkownika na uszkodzenia uniemożliwiające jego poprawną pracę, a także może stworzyć zagrożenia zdrowia i życia, za które producent nie ponosi żadnej odpowiedzialności.

Okresowej legalizacji reduktorów dokonuje Urząd Miar lub inna wytypowana do tego celu specjalistyczna jednostka.

W celu zapewnienia poprawnego działania kalorymetru i dla osiągnięcia maksymalnej jego dokładności w próbach spalania różnych substancji, zaleca się stałe korzystanie z dodatkowego opracowania: „Wytyczne do badań kalorymetrycznych”.

1.2 Ważne informacje dotyczące bomby kalorymetrycznej

Bomba kalorymetryczna jest bardzo ważnym elementem kalorymetru, który ze względu na specyfikę swojej pracy, **podlega szczególnemu nadzorowi**. Powinna być użytkowana zgodnie z instrukcją kalorymetru oraz powinna regularnie przechodzić okresowe badania (przeglądy) techniczne (tzw. „legalizacje”), **dokonywane wyłącznie przez serwis producenta**. Każda bomba kalorymetryczna posiada swój indywidualny numer (lub numery), uwidoczniony na jej głównych elementach oraz świadectwo sprawdzenia z podaną datą wykonania przeglądu technicznego.

Zaleca się wykonywanie sprawdzenia bomb kalorymetrycznych w okresach półrocznych lub po wykonaniu maksymalnie 1000 prób spalania. W uzasadnionych przypadkach, gdy nie następuje zbyt gwałtowny wysoki skok temperaturowy podczas spalania, a także, gdy spalana w bombie substancja nie działa silnie agresywnie chemicznie na jej ścianki i zawory, **okres pomiędzy przeglądami może być wydłużony maksymalnie do jednego roku.**

Sprawdzenie bomb kalorymetrycznych nie może być wykonywane rzadziej niż raz w roku, nawet, jeśli ilość prób spalania przeprowadzonych daną bombą jest zdecydowanie niższa niż 1000. Wynika to również z obowiązujących norm.

Skrócenie okresu pomiędzy kolejnymi przeglądami powinno nastąpić z inicjatywy użytkownika natychmiast po zaobserwowaniu jakichkolwiek zmian albo nieprawidłowości w działaniu lub wyglądzie bomby. Zaleca się częstsze wykonywanie przeglądów, gdy do prób spalania używane są substancje, które same w sobie, lub produkty ich spalania, działają agresywnie na elementy głowicy i korpusu bomby lub w inny sposób przyczyniają się do szybszego ich zużycia.

Dłuższa niż jednoroczna eksploatacja bomby bez aktualnego przeglądu, praca bombą zbyt wyeksploatowaną, lub w której dokonywano ingerencji, względnie stosowano nieoryginalne elementy i uszczelki, zwalnia całkowicie producenta z odpowiedzialności za wszystkie negatywne skutki pośrednie i bezpośrednie, a w szczególności za możliwe zagrożenie dla zdrowia i życia obsługi.

Przykład zdecydowanie nadmiernie zużytego zaworu wylotowego (spustowego) przedstawiono na poniższej fotografii. Przegląd techniczny po osiągnięciu tak dużego stopnia zużycia może być dla użytkownika kosztowniejszy.



fol. 1.1

Niedopuszczalna jest jakakolwiek ingerencja użytkownika w konstrukcję bomby kalorymetrycznej, jej naprawa, przerabianie lub zastępowanie elementów częściami nieautoryzowanymi przez producenta. Dozwolona jest wyłącznie samodzielna wymiana uszczelek na nowe, i to wyłącznie na dostarczone przez producenta kalorymetru (patrz: rozdział 10.2).

Skutkiem nieautoryzowanej ingerencji w konstrukcję bomby, niepoprawnego przeprowadzenia przeglądu technicznego, lub użycia materiałów eksploatacyjnych niezgodnych z wymaganiami ustalonymi przez producenta, może być np. gwałtowne rozszczelnienie się bomby (wybuch) zagrażające zdrowiu i życiu obsługi.

W celu dokonania przeglądu technicznego bomby kalorymetrycznej należy ją przesać do producenta. Każdy przegląd kończy się wystawieniem przez serwis producenta odpowiedniego świadectwa kwalifikującego bombę do dalszego jej użytkowania. Dane kontaktowe producenta znajdują się w rozdziale 14.

2 Opis ogólny

2.1 Przeznaczenie kalorymetru

Kalorymetr przeznaczony jest do pomiaru ciepła spalania różnych substancji stałych i płynnych. Zaliczamy do nich: torf, węgiel brunatny, węgiel kamienny, brykiety obu rodzajów węgla, koks, półkoks, miał węglowy (w tym zmieszany z innymi substancjami), paliwa ropopochodne, oraz inne płynne i półpłynne materiały (np. mazut), a także biopaliwa, biomasy (w postaci granulatów, brykietów, zrębków, pelletów i drobin), materiały odpadowe (tzw. "śmieciowe" w różnej postaci) i różne niewybuchowe substancje organiczne oraz syntetyczne w różnej postaci, za wyjątkiem gazowej.

W kalorymetrze badane są również takie materiały jak np.: oleje, smary, farby, lakiery, izolacje, pasze dla zwierząt, żywność i jej składniki, leki i ich składniki, a także materiały używane: jako podpałki, do produkcji świec, do produkcji elementów budowlanych i do tworzenia konstrukcji, od których wymaga się posiadania odpowiednich cech termicznych np. ognioodporności.

W kalorymetrze można badać także inne procesy termodynamiczne polegające zarówno na wydzielaniu ciepła (reakcji egzotermicznej), jak i na pochłanianiu ciepła (reakcji endotermicznej). Dzięki temu spektrum zastosowań kalorymetrów rozszerza się np.: na badanie procesu ładowania i rozładowania ogniw akumulatorowych (bateryjnych), różne badania technologiczne (np. wydzielanie ciepła w procesie wiązania cementu czy gipsu), medyczne (np. tempa namnażania się flory bakteryjnej i skuteczności oraz szybkości działania antybiotyków zapobiegających temu procesowi). Przy pomocy kalorymetru możemy określać ciepło właściwe różnych materiałów stałych i płynnych, zarówno jednorodnych jak i stanowiących materiał złożony z różnych składników.

Dzięki przeprowadzonemu procesowi spalania w całkowicie szczelnej bombie kalorymetrycznej można prowadzić szeroką analizę fizykochemiczną produktów spalania stanowiących popiół i skropliny oraz spaliny w postaci gazowej, wypuszczane z bomby w kontrolowany sposób. Samą analizę przeprowadza się poza kalorymetrem, używając różnych dedykowanych odczynników chemicznych lub stosując specjalne zewnętrzne analizatory chemiczne (np. analizator zawartości chloru w postaci gazowej).

Jak wynika z powyższego opisu, zastosowanie kalorymetru i techniki kalorymetrycznej jest bardzo szerokie i nadal podlega rozszerzeniu o nowe dziedziny i sposoby.

2.2 Zasada pomiaru kalorymetrycznego

Pomiar kalorymetryczny polega na całkowitym spalaniu próbki paliwa w atmosferze tlenu pod ciśnieniem, w bombie kalorymetrycznej zanurzonej w wodzie, i na pomiarze przyrostu temperatury tej wody.

Ciepło spalania paliwa wyliczane jest w sposób automatyczny i przedstawione na ekranie komputera. Wyznaczenie ciepła spalania i obliczenie wartości opałowej jest procesem całkowicie zautomatyzowanym.

Ręcznie odbywa się napełnianie naczynia termostatu i naczynia kalorymetrycznego wodą, przygotowanie bomby kalorymetrycznej do badania, czyli przygotowanie i załadowanie próbki, oraz napełnianie bomby tlenem technicznym pod ciśnieniem z butli za pośrednictwem reduktora i szybkozłącza.

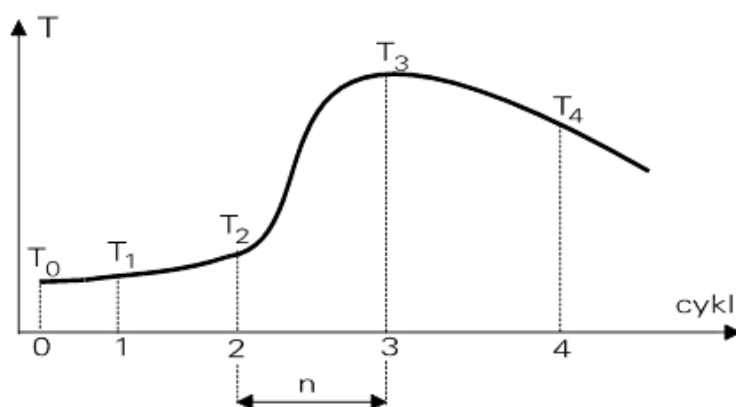
Reduktor, szybkozłącze oraz praska (pastylkarka) do przygotowania próbki w postaci sprasowanej pastylki, są dostarczane w komplecie wraz z kalorymetrem. Butlę z tlenem technicznym zamawia się na zasadzie jej wypożyczenia z dowolnej firmy zajmującej się dystrybucją gazów technicznych.

2.3 Opis techniczny i podstawy pracy kalorymetru

Praca tego kalorymetru oparta jest na podłączonym do komputera PC, specjalistycznym mikroprocesorowym układzie elektronicznym, odpowiedzialnym za wszystkie realizowane funkcje. Automatyczny cykl pomiarowy zapewnia wygodę i łatwość obsługi tego urządzenia.

Kalorymetr działa na zasadzie pomiaru charakterystycznych temperatur bilansu cieplnego. Wartości te są przetwarzane na postać cyfrową, analizowane, przeliczane oraz zapamiętywane przez komputer.

Cały proces pomiarowy przebiega wg następującego wykresu:



rys. 2.1

Ciepło spalania próbki paliwa jest obliczane automatycznie, przy użyciu następujących wzorów:

$$Q = K * (T_3 - T_2 - k_0)$$

gdzie:	Q	- ciepło spalania próbki paliwa
	K	- stała kalorymetru K
	T ₂ , T ₃	- temperatury charakterystyczne bilansu
	k ₀	- poprawka na wymianę ciepła kalorymetru z otoczeniem

$$k_o = 0,5 * [0,2 * (T_2 - T_1) + 0,2 * (T_4 - T_3)] + 0,2 * (n - 1) * (T_4 - T_3)$$

gdzie: n - liczba minut w cyklu 2 (okresu głównego)
 T₁, T₂, T₃, T₄ - temperatury charakterystyczne bilansu

Automatyczną pracą kalorymetru steruje program komputerowy, tak więc przebieg wszystkich czynności jest cały czas kontrolowany, a ewentualne błędy są sygnalizowane na ekranie monitora.

Praca kalorymetru podzielona jest na 5 cykli pokazanych na wykresie. Poszczególne cykle informują o stanie kalorymetru.

- Cykl 0** - Włączenie kalorymetru i ustabilizowanie temperatury wewnątrz kalorymetru.
(czas trwania: około 2 min.)
- Cykl 1** - Rejestracja temperatury T₁ i odmierzenie odcinka czasu równego 5 minut.
- Cykl 2** - Rejestracja temperatury T₂ i zapłon próbki paliwa w bombie kalorymetrycznej.
(cykl ten trwa n-minut tj. aż do osiągnięcia temperatury maksymalnej)
- Cykl 3** - Rejestracja temperatury T₃ (maksymalnej) i odmierzenie kolejnego odcinka czasu równego 5 minut.
- Cykl 4** - Rejestracja temperatury T₄ i zakończenie pracy.

Kalorymetr po wejściu w cykl 2 rozpoczyna odmierzanie czasu, jaki upływa od chwili zapłonu próbki, do momentu, gdy program stwierdzi osiągnięcie maksymalnej temperatury w naczyniu. Następnie odmierzany zostaje kolejny odcinek czasowy i zapamiętywana jest temperatura stanu końcowego. Program oblicza ciepło spalania, wyłączając jednocześnie mieszadło mechaniczne (rys. 5.1, poz.5) pracujące od chwili rozpoczęcia próby.

3 Charakterystyka techniczna kalorymetru

Najważniejsze parametry kalorymetru:

- ciśnienie próbne bomby kalorymetrycznej 19,62 MPa (200 at)
- pojemność bomby kalorymetrycznej 0,35 dm³ (350 ml)
 - z założoną obsadą tygla oraz tygłem 0,34 dm³ (340 ml)
- pojemność naczynia kalorymetrycznego 4,4 dm³ (4,4 l)
- pojemność płaszczka kalorymetrycznego 15,5 dm³ (15,5 l)
- napięcie zasilania 230 V ±10%
- wymiary całego przyrządu ok. 1400 x 700 x 750 mm
- masa całego kalorymetru bez wody ok. 75 kg
- przedstawiana w programie dokładność odczytu temperatury 0,001 K (°C)
- dokładność cyfrowej aproksymacji temperatury 0,0001 K (°C)
- parametry drutu oporowego przeznaczonego do spalania próbki:
 - średnica ≤0,2 mm
 - długość 100 mm
 - masa <10 mg
 - własne ciepło spalania ok. 6698,9 kJ/kg (J/g)

Uwaga: *Kalorymetr jest urządzeniem klasy A. W środowisku mieszkalnym może powodować zakłócenia radioelektryczne. W takich przypadkach można żądać od jego użytkownika zastosowania odpowiednich środków zaradczych.*

4 Zasilanie kalorymetru

Kalorymetr przystosowany jest do zasilania prądem przemiennym o wartościach podanych w charakterystyce technicznej (rozdział 3), z sieci zasilającej wyposażonej w kołek zerujący. Kalorymetr od strony zasilania zewnętrznego zabezpieczony jest bezpiecznikiem topikowym zwłocznym o wartości 1A.

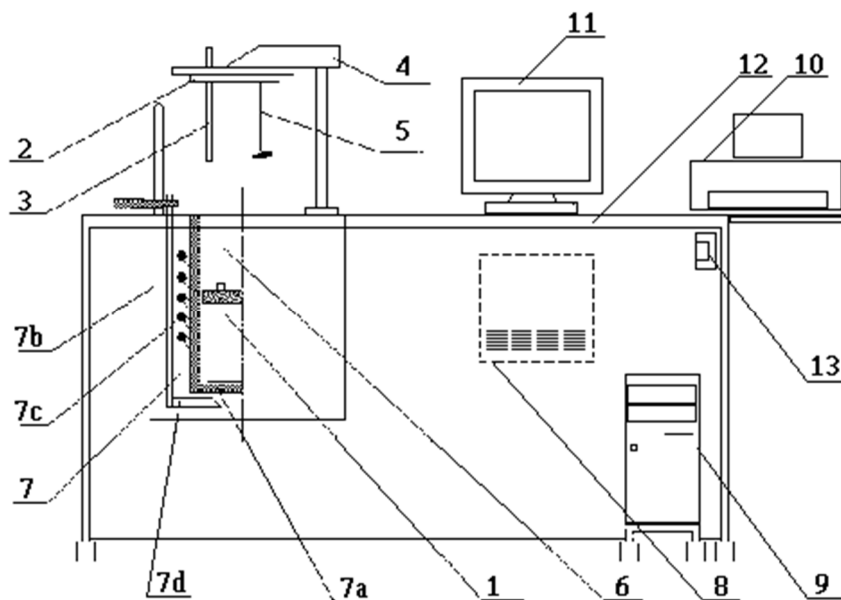
Włączenie zasilania całego kalorymetru następuje przełącznikiem umieszczonym w listwie zasilającej. Podczas pierwszych minut pracy temperatura niektórych elementów kalorymetru może zmieniać się powodując nieznaczne „płynięcie” wskazań.

Dlatego zaleca się włączyć zasilanie na ok. 15 minut przed rozpoczęciem pomiarów.

W przypadku zasilania kalorymetru z sieci elektrycznej o dużym poziomie zakłóceń lub częstych przerwach, wskazane jest użycie zewnętrznego zasilacza awaryjny (UPS) o mocy conajmniej 450W, stosowanego powszechnie w technice komputerowej. Filtruje on niepożądane skoki napięcia i zakłócenia, mogące wpłynąć na proces pomiarowy. Pozwala również dokończyć badanie w przypadku przerwy w dostawie prądu. UPS nie jest dostarczany wraz z kalorymetrem. Można go zamówić jako wyposażenie specjalne lub zakupić samodzielnie.

5 Wybrane informacje dotyczące budowy

W skład kalorymetru wchodzi zespoły i elementy użytkowe zaznaczone w sposób schematyczny na rys. 5.1.



(Uwaga, jest to schemat poglądowy, więc wygląd rzeczywisty kalorymetru może się różnić.)

rys. 5.1

- 1 - bomba kalorymetryczna
- 2 - pokrywa kalorymetru
- 3 - czujnik temperatury
- 4 - uchwyt pokrywy z umieszczonym w nim napędem mieszadła mechanicznego
- 5 - mieszadło mechaniczne
- 6 - naczynie kalorymetryczne
- 7 - płaszcz kalorymetru składający się z:
 - 7a - ścianki wewnętrznej
 - 7b - ścianki zewnętrznej
 - 7c - węzownicy
 - 7d - mieszadła ręcznego
- 8 - zespół sterujący kalorymetru, w niektórych wykonaniach zintegrowany z komputerem PC (9)
- 9 - komputer PC, w niektórych wykonaniach zintegrowany z zespołem sterującym (8)
- 10 - drukarka
- 11 - monitor komputera
- 12 - stół kalorymetru
- 13 - listwa zasilająca z włącznikiem

Głównym elementem kalorymetru pozwalającym na bezpieczne spalanie próbek badanych substancji jest specjalistyczne naczynie wykonane ze stali kwasoodpornej nazywane **bombą kalorymetryczną** (rys. 5.1, poz.1). Zamknięcie bomby następuje za pomocą pierścieniowej zakrętki samouszczelniającej i realizowane jest bez użycia klucza. Jej samouszczelnienie następuje pod wpływem ciśnienia wewnętrznego.

W głowicy bomby znajdują się dwa samoczynne zawory zwrotne: wlotowy i wylotowy oraz elektroda. Zawór wylotowy zwalnia się przez wykręcenie regulatora, umieszczonego w jego górnej części.

Naczynie kalorymetryczne (rys. 5.1, poz.6) jest umieszczone w **płaszczu kalorymetru - termostacie wodnym** (rys. 5.1, poz.7) na izolującej podstawie. Zadaniem termostatu jest odizolowanie środowiska pomiarowego od zewnętrznych wpływów cieplnych otoczenia. W jego przestrzeni znajduje się **wężownica** (rys. 5.1, poz.7c) służąca do regulacji temperatury wody poprzez wprowadzanie do niej medium chłodzącego lub ogrzewającego (najlepiej wody). Obok wężownicy znajduje się **mieszadło ręczne** (rys. 5.1, poz.7d) służące do wyrównania temperatury wody w płaszczu. W czasie dokonywania pomiaru wewnątrz termostatu musi być zamknięte **pokrywą** (rys. 5.1, poz.2).

Mieszadło mechaniczne (rys. 5.1, poz.5) jest napędzane silnikiem elektrycznym i służy do mieszania wody w naczyniu kalorymetrycznym w trakcie pomiaru.

Pomiar przyrostu temperatury dokonywany jest za pomocą specjalistycznego, precyzyjnego czujnika (rys. 5.1, poz.3) umieszczonego w naczyniu kalorymetrycznym.

6 Przeprowadzanie badań

6.1 Warunki prowadzenia badań

Pomieszczenie, w którym mają być wykonywane pomiary powinno mieć stałą temperaturę, najkorzystniej w granicach od 291 do 294 K (tj. od 18 do 21°C) a nieprzekraczającą 298 K (25°C).

Wyższa temperatura pomieszczenia jest dopuszczalna tylko w przypadku zmiany zakresu pomiarowego termometru. Blok termometru dostarczony przez producenta zapewnia pomiar z żądaną dokładnością w zakresie od 289 do 298 K (tj. od 16 do 26°C). W związku z powyższym **najbardziej optymalna temperatura nie powinna przekraczać 295 K (23°C)**.

Okna pomieszczenia przeznaczonego do badań (szczególnie nieklimatyzowanego), jeżeli jest to tylko możliwe, powinny wychodzić na północ, a nie na południe. Pożądane jest, aby dla uniknięcia nagrzewania promieniami słonecznymi, okna były ponadto zaopatrzone w zasłony lub rolety. W czasie największego nasłonecznienia występującego w ciągu dnia w pomieszczeniu nieklimatyzowanym (o nieustabilizowanej temperaturze) nie zaleca się prowadzenia badań. W pomieszczeniu, w którym użytkowany jest kalorymetr, nie powinno być żadnych przewiewów. Niedopuszczalne jest również, aby przyrząd znajdował się w pobliżu pieca, grzejnika, nagrzewających się lamp oświetleniowych, itp. źródeł ciepła. W czasie prowadzenia badania drzwi i okna powinny być zamknięte.

W żadnym przypadku nie należy instalować kalorymetru w sąsiedztwie źródeł silnego promieniowania elektromagnetycznego, takich jak: nadajniki radiowe i telewizyjne, przekaźniki telekomunikacyjne, sprzęt radarowy i radiolokacyjny oraz stacje bazowe telefonii komórkowej, ponieważ może to spowodować zakłócenie odczytu temperatury, a tym samym uniemożliwi wykonywanie poprawnych badań.

Podczas wykonywanych badań należy również dezaktywować w pomieszczeniu laboratoryjnym działanie telefonów komórkowych. Z tytułu niespełnienia powyższych warunków, użytkownikowi nie przysługują żadne roszczenia gwarancyjne.

6.2 Czynności podczas wykonywania badania

- Przygotować stanowisko do napełniania bomby tlenem (opis: rozdział 8.1) – *czynność wykonywana każdorazowo po wymianie butli z tlenem.*
- Włączyć zasilanie kalorymetru przełącznikiem umieszczonym w listwie zasilającej i, po uruchomieniu komputera, uruchomić program sterujący kalorymetrem (opis: rozdział 7.2).
Dla ustabilizowania temperaturowych warunków pracy zaleca się odczekać 15 minut przed załączeniem cyklu pomiarowego.

- Ustawić jednostki na odpowiedni rodzaj ([J] lub [cal]) (opis: rozdział 7.9.4) – czynność wykonywana jednorazowo przy pierwszym uruchomieniu nowego kalorymetru lub w przypadku konieczności zmiany jednostek, wynikającej z potrzeb użytkownika.
- Przygotować płaszcz wodny kalorymetru (opis: rozdział 8.2).
- Przygotować próbkę badanej substancji (opis: rozdział 8.4).
- Przygotować bombę kalorymetryczną do badania (opis: rozdział 8.5).
- Umieścić bombę w kalorymetrze (opis: rozdział 8.6), a następnie nałożyć na elektrody wystające z pokrywy bomby dwie końcówki przewodu zapłonowego.
Należy zadbać, aby podczas przenoszenia nie nagrzać korpusu bomby od własnych rąk lub go nie oziębić, gdyż jego temperatura może zakłócić i wydłużyć proces stabilizacji wody w naczyniu kalorymetrycznym. W razie czego można użyć do przemieszczania napełnionej bomby rękawiczek bawełnianych.
- Zamknąć kalorymetr pokrywą termostatu, którą należy przesunąć na wysięgniku, a następnie opuścić w dół i dobrze docisnąć.
Pokrywa musi ściśle dolegać do krawędzi otworu termostatu naczynia kalorymetru. Niedopuszczalna jest żadna szczelina, która mogłaby doprowadzić do niepożądanego wymiany ciepła z otoczeniem, a tym samym mogącej uniemożliwić poprawne przeprowadzenie badania. W razie konieczności należy wymienić uszczelkę pokrywy i/lub doraźnie poprawić docisk pokrywy, przez jej dociążenie dodatkowym ciężarem. Usterkę tę równocześnie należy zgłosić do serwisu producenta, aby przy najbliższej sposobności została usunięta.
- Podłączyć przewód zapłonowy do sterownika kalorymetru (jeśli jest odłączony).
- W programie komputerowym uruchomić funkcję „Nowa próba” (opis: rozdział 7.6.1).
Szczególną uwagę należy zwrócić na prawidłowe ustawienie pola „Numer bomby” (a tym samym wprowadzenie poprawnej wartości stałej K), oraz na wartość wpisywaną w pole „Masa próbki”. Od poprawnego wypełnienia obu pól bezpośrednio zależy prawidłowe wykonanie próby.
- Przyciskiem „Uruchom” rozpocząć pomiar.
W przypadku, gdy na wykresie w okresie do T2 widoczne są duże zmiany temperatury, próbkę należy przerwać, odczekać jeszcze kilka minut i ponownie uruchomić pomiar. Po przejściu wykresu przez punkt T2 (po zapłonie), konieczne jest przygotowanie nowej próbki.

6.3 Czynności po zakończeniu badania

- Po zakończeniu pomiaru, zasygnalizowanego napisem „Koniec próby”, należy w programie sterującym zapisać wyniki próby. Następnie zaleca się uruchomienie funkcji „Obliczenia” (opis: rozdział 7.6.4), celem uzupełnienia „Danych analizy” oraz „Danych fizykochemicznych” i w konsekwencji otrzymania „Wyników końcowych”, na które składają się poszczególne ciepła oraz wartości opałowe.
- Podnieść pokrywę zamykającą naczynie kalorymetryczne i odłączyć obie końcówki przewodu zapłonowego od elektrod bomby.
- Wyjąć bombę z naczynia, trzymając ją najpierw za zawory, a po jej zupełnym wyciągnięciu z naczynia, za korpus.
- Bombę osuszyć ściereczką i wypuścić gazy spalinowe, otwierając zawór wylotowy poprzez wkręcenie radełkowanego regulatora tego zaworu (zgodnie z ruchem wskazówek zegara, aż do oporu).
Wypuszczanie gazów spalinowych z bomby zaleca się dokonywać pod dygestorium, szczególnie przy większych zawartościach siarki i/lub chloru w próbce badanej substancji.
- Ustawić bombę na podstawce (kluczu), odkręcić zakrętkę samouszczelniającą i zdjąć ją z korpusu bomby.
- Wyjąć głowicę bomby z korpusu i ustawić ją na specjalnym statywie.
Należy sprawdzić, zarówno w tyglu jak i w samej bombie, czy nastąpiło całkowite spalanie próbki badanej substancji. Jeżeli widoczne są niespalone fragmenty próbki, to próbę należy powtórzyć.
- Wyjąć tygiel z obsady tygla w głowicy bomby, wyczyścić go i wyprażyć przed kolejną próbą.
- Spod tulejek zaciskowych zdjąć resztki niespalonego drutu zapłonowego, a następnie je zważyć (w zależności od przyjętej metodologii badania – dotyczy to sposobu uwzględniania poprawek dla ciepła wydzielonego podczas spalania drutu).
- Jeżeli ciepło spalania oblicza się z uwzględnieniem ciepła syntezy kwasu siarkowego i azotowego, powstałego z siarki i azotu zawartych w paliwie, wewnątrz korpusu bomby i części głowicy stanowiące podczas oznaczania wewnątrz bomby kalorymetrycznej oraz tygiel należy spłukać wodą destylowaną, zlewając ją do kolby stożkowej o pojemności około 0,3dm³ (300 ml). Umożliwi to określenie ilościowo zawartego w roztworze kwasu siarkowego i azotowego. Można pominąć oznaczanie kwasu siarkowego i azotowego w przypadku, gdy np. znana jest zawartość siarki w badanej substancji lub, gdy interesuje nas całkowite ciepło wydzielone z badanej próbki, niezależnie jaki składnik próbki przyczynił się do jego wytworzenia podczas procesu jej spalania.

7 Program sterujący kalorymetrem

7.1 Opis skrótów i symboli stosowanych w programie

Q	- ciepło całkowite	[J]
c	- suma poprawek na dodatkowe efekty cieplne	[J]
Q_a	- ciepło całkowite analityczne	[J]
W_a	- zawartość wilgoci w próbce analitycznej	[%]
W_{ex}	- zawartość wilgoci przemijającej	[%]
W_h	- zawartość wilgoci higroskopijnej	[%]
P	- ciepło parowania wody przy 25°C 1% zawartości	[J/g]
W_t	- zawartość całkowitej wilgoci w próbce	[%]
A_a	- zawartość popiołu w próbce analitycznej	[%]
A_r	- zawartość popiołu w stanie roboczym	[%]
S_{ta}	- zawartość siarki w stanie analitycznym	[%]
S_{tr}	- zawartość siarki w stanie roboczym	[%]
H_w	- współczynnik przeliczeniowy zawartości wodoru na wodę	[bez miana]
K_h	- współczynnik do obliczania zawartości wodoru w próbce analitycznej	[bez miana]
H_a	- zawartość wodoru w próbce analitycznej	[%]
V_a	- zawartość części lotnych w stanie analitycznym	[%]
V_r	- zawartość części lotnych w stanie roboczym	[%]
Q_a	- ciepło spalania	[J/g]
Q_{sa}	- ciepło spalania paliwa w stanie analitycznym	[J/g]
Q_{sr}	- ciepło spalania w stanie roboczym	[J/g]
Q_{ia}	- wartość opałowa w stanie analitycznym	[J/g]
Q_{ir}	- wartość opałowa w stanie roboczym	[J/g]

Uwagi: *Podane powyżej oznaczenia przyjęte w oprogramowaniu kalorymetru niekoniecznie muszą być tożsame z tymi, które zastosowane są w aktualnie obowiązującej normie, lecz na pewno odpowiadają im funkcjonalnie.*

Zamiast jednostki J/g można wybrać jednostkę cal/g, co umożliwi program kalorymetru. Zostało to opisane w rozdziale 7.9.4.

Oznaczenia i sposoby obliczania oparto m.in. na normach: PN-81/G-04513, PN-71/C-0462, PN-93/Z15008/04, PN-ISO 1928 oraz na autorskich rozwiązaniach producenta. Szczegóły na temat zgodności z normami itp. ujęto w tzw. DEKLARACJI ZGODNOŚCI, załączonej do każdego egzemplarza niniejszego produktu.

Przy obliczaniu ciepła spalania i wartości opałowej można korzystać z dowolnej normy lub ze wzorów umieszczonych w rozdziale 11. Wzory te uwzględniają różne poprawki związane z efektami cieplnymi podczas próby spalania oraz dane fizykochemiczne.

7.2 Uruchomienie programu



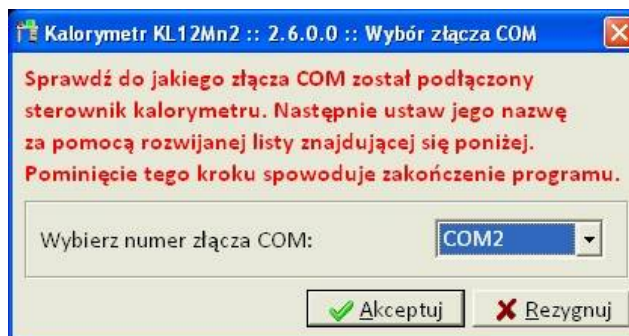
Uruchomienie programu nastąpi po kliknięciu ikony przedstawiającej kalorymetr w miniaturce. Ikona ta znajduje się na pulpicie ekranu komputera, w menu „Start”, na pasku zadań (w Windows Vista, 7, 8, 8.1 i 10) oraz na ekranie interfejsu Metro (tzw. „kafelki” w Windows 8 i 8.1).

7.3 Złącze transmisyjne do przesyłu danych

Do komunikacji komputera ze sterownikiem kalorymetru służy szeregowe złącze transmisyjne „COMx”, gdzie „x” określa numer złącza (COM1, COM2, itp.). Do prawidłowej współpracy programu ze sterownikiem kalorymetru konieczne jest właściwe przyporządkowanie numeru złącza szeregowego komputera, do którego został podłączony sterownik. Czynność tą wykonuje się tylko raz, bezpośrednio po zainstalowaniu programu i jest to wykonywane przez producenta kalorymetru lub upoważniony do tego serwis.

Informacja ta jest dla użytkownika o tyle ważna, aby miał świadomość, że **bez zgody producenta kalorymetru nie powinien podłączać do komputera kalorymetru innych urządzeń, w szczególności takich, które korzystają z transmisji szeregowej**. Może to wpłynąć na brak lub zakłócenie komunikacji sterownika z komputerem, a tym samym uniemożliwić pracę całego kalorymetru.

Gdyby z jakichkolwiek przyczyn użytkownik kalorymetru musiał samodzielnie zmienić złącze COM na łącznie o innym numerze, wówczas po dokonaniu tej operacji i ponownym uruchomieniu programu zostanie wyświetlone okno umożliwiające dokonanie aktualizacji w programie.



Należy wybrać nowy numer złącza COM i potwierdzić zmianę przyciskiem **[Akceptuj]**.

Gdy powyższe okno pojawi się podczas uruchomienia programu, a nie były wykonane żadne zmiany w urządzeniu oraz jego połączeniu z komputerem należy kliknąć przycisk **[Rezygnuj]** i sprawdzić kabel łączący sterownik z komputerem oraz kabel zasilający sterownika, a następnie ponownie uruchomić program kalorymetru.

Jeżeli przy ponownym uruchomieniu programu komunikat pojawi się ponownie, należy niezwłocznie skontaktować się z producentem urządzenia lub upoważnionym serwisem.

Gdy połączenie jest poprawne i transmisja zostanie nawiązana prawidłowo, na chwilę pojawi się okno startowe programu z animowanym logo producenta, nazwą produktu oraz wersją programu.



7.4 Główne okno programu

Po poprawnym uruchomieniu programu wyświetlone zostanie główne okno programu z głównym menu, paskiem ikon oraz tabelą wykonanych prób.

Nr próby	Rodzaj Paliwa	Dostawca	Nr bomby	Operator	Data próby	Ciepło Q	Ciepło Qsa
003/A	węgiel 17-a	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-07	27030	26903
004/A	węgiel 17-a	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-07	26991	26856
005/A	koncentrat	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-11	23348	23222
006/A	koncentrat	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-11	23363	23249
007/A	mieszanka eko1	EkoPaliwa	10263	Jolanta Kowalska	2015-06-22	29491	29256
008/A	mieszanka eko1	EkoPaliwa	10263	Jolanta Kowalska	2015-06-22	29478	29351

Funkcje głównego menu programu pogrupowane są w cztery sekcje:

- Próby** – tworzenie nowej próby, obliczenia, wydruk protokołu, szukanie i usuwanie prób oraz funkcje pomocnicze: ustawienie drukarki i zamknięcie programu
- Baza danych** – wczytywanie, zapisywanie i kasowanie bazy danych prób oraz eksport prób do pliku w formacie dBF
- Bomby** – obsługa rejestru bomb oraz wyznaczanie stałej K
- Ustawienia** – dodatkowe informacje (wersja programu, numer sterownika, dane użytkownika kalorymetru), ustawienia (wersja językowa, wybór jednostki, wybór złącza COM) i testy kalorymetru (temperatura, zapłon, mieszadło).

Niektóre, najczęściej używane funkcje, dostępne są także za pomocą graficznych przycisków (ikon), umieszczonych pod głównym menu. Po najechaniu kursorem myszy na wybraną ikonę po chwili wyświetlana jest jej funkcja.



Omówienie poszczególnych funkcji dostępnych z głównego menu programu oraz paska ikon znajduje się w kolejnych rozdziałach niniejszej instrukcji.

7.5 Tabela wykonanych prób

Informacją, prezentowaną na głównym ekranie programu obsługi kalorymetru, jest tabela zawierająca zapisy wcześniej przeprowadzonych prób.

Nr próby	Rodzaj Paliwa	Dostawca	Nr bomby	Operator	Data próby	Ciepło Q	Ciepło Qsa
003/A	węgiel 17-a	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-07	27030	26903
004/A	węgiel 17-a	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-07	26991	26856
005/A	koncentrat	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-11	23348	23222
006/A	koncentrat	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-11	23363	23249
007/A	mieszanka eko1	EkoPaliwa	10263	Jolanta Kowalska	2015-06-22	29491	29256
008/A	mieszanka eko1	EkoPaliwa	10263	Jolanta Kowalska	2015-06-22	29478	29351

Po tabeli można poruszać się za pomocą myszki, touchpada (w komputerach przenośnych) lub klawiszy, na zasadach obowiązujących w większości programów pracujących na komputerach z systemem Windows.

Pojedyncze kliknięcie lewym przyciskiem myszki na wiersz opisujący daną próbę spowoduje wskazanie jej, zaś podwójne kliknięcie tego przycisku spowoduje wywołanie funkcji **[Obliczenia]**. Dodatkowo, za pomocą prawego przycisku myszki można wywołać tzw. menu kontekstowe, które daje użytkownikowi dostęp do kilku funkcji związanych z daną próbą.

Nr próby	Rodzaj Paliwa	Dostawca	Nr bomby	Operator	Data próby	Ciepło Q	Ciepło Qsa
003/A	węgiel 17-a	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-07	27030	26903
004/A	węgiel 17-a	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-07	26991	26856
005/A	koncentrat	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-11	23348	23222
006/A	koncentrat	Nowak sp.c.	10263	Jolanta Kowalska	2015-05-11	23363	23249
007/A	mieszanka eko1	EkoPaliwa	10263	Jolanta Kowalska	2015-06-22	29491	29256
008/A	mieszanka eko1	EkoPaliwa	10263	Jolanta Kowalska	2015-06-22	29478	29351

Kliknięcie na tytuł kolumny **[Nr próby]**, **[Rodzaj paliwa]**, **[Dostawca]**, **[Nr bomby]**, **[Operator]** lub **[Data próby]** spowoduje wyświetlenie okna pozwalającego na wpisanie poszukiwanego ciągu znaków we wskazanej kolumnie.

7.6 Próby

7.6.1 Wprowadzanie danych o próbce



Nową próbę można uruchomić klikając na zaprezentowaną ikonę, wybierając opcję **[Próba]** -> **[Nowa próba]** z menu głównego lub wciskając kombinację klawiszy **[Ctrl]+[N]**.

Po uruchomieniu próby na ekranie pojawi się okno umożliwiające wprowadzenie podstawowych danych. Okno jest podzielone na dwie sekcje: **[Dane próbki]**, oraz **[Dane dostawy]**

Dane próbki	
Numer próby:	014/B
Operator:	Jolanta Kowalska
Numer bomby:	10263
Rodzaj paliwa:	mieszanka eko1
Masa próbki [m]:	1,0014 g
Dane dostawy	
Ilość w tonach:	t
Dostawca:	Nowak sp.c.
Data dostawy:	12 listopada 2015
Data wysyłki:	12 listopada 2015
Miejsce poboru:	Wydział 17A
Inne:	próba 2

Buttons:

Należy wpisać dane do poszczególnych pól obu sekcji, z tym że sekcja **[Dane próbki]** zawiera ważne dane dotyczące przeprowadzanej próby i ich wypełnienie jest konieczne, zaś sekcja **[Dane dostawy]** zawiera dodatkowe informacje, których wypełnienie jest dobrowolne i nie wpływa w żaden sposób na wynik pomiaru.

[Numer próby] – może zawierać do 6 dowolnych znaków. Zawartość pola nie jest kontrolowana w programie - system oznaczania numerów prób jest ustalany indywidualnie przez użytkownika kalorymetru. Pole to może pozostać puste, ale nie jest to zalecane ponieważ utrudnia to w późniejszym okresie identyfikację danej próby, szczególnie na etapie wyznaczania stałej K.

[Numer bomby] – należy wybrać numer bomby kalorymetrycznej z listy posiadanych bomb. Jeśli posiadana bomba nie znajduje się na liście, należy przejść do sekcji **[Bomby]** i tam ją dodać, a następnie wyznaczyć stałą K za pomocą procedury opisanej w rozdziale 8.3.

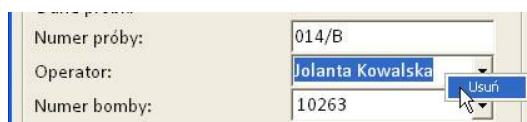
[Masa próbki] – bardzo ważne jest podanie **dokładnej wagi próbki**, zważonej za pomocą specjalnej wagi laboratoryjnej, dającej odczyt z dokładnością do 4 miejsc po przecinku. Wartość ta wpływa bezpośrednio na wynik próby.

[Operator], **[Rodzaj paliwa]**, **[Dostawca]**, **[Miejsce poboru]** – należy wybrać z dostępnej listy (przy uruchamianiu kolejnych prób, zawartość tych czterech pól jest podpowiadana z poprzedniej próby). Jeśli lista, dostępna dla danego pola, nie zawiera stosownej informacji, można wpisać ją w polu ręcznie. Informacja ta zostanie automatycznie dopisana do listy i przy kolejnych próbach można z niej skorzystać.



Numer próby: 014/B
Operator: Jolanta Kowalska
Numer bomby: Operator
Rodzaj paliwa: Jolanta Kowalska
Masa próbki [m]: 1,0014

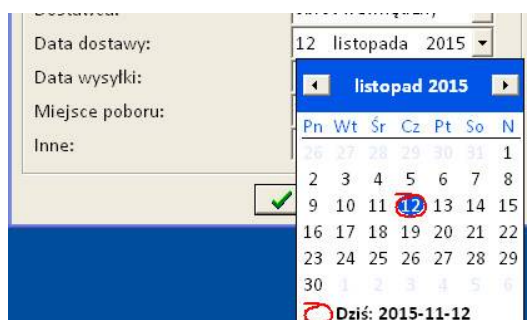
Jeśli na liście znajduje się informacja już nieaktualna (błędna, nieużywana, itp.), to można ją usunąć z listy. W tym celu należy z listy wybrać taką informację, a następnie na tym polu wcisnąć prawy przycisk myszki i z menu kontekstowego wybrać funkcję [Usuń].



Numer próby: 014/B
Operator: Jolanta Kowalska
Numer bomby: 10263

[Ilość w tonach], [Inne] – są to zwykłe pola edycyjne, nie kontrolowane przez program.

[Data dostawy], [Data wysyłki] – obie daty można wpisać w pole ręcznie (domyślnie podpowiadana jest bieżąca data), lub skorzystać z mini-kalendarza dostępnego po kliknięciu przycisku z prawej strony pola edycyjnego. Kontrolowana jest wyłącznie formalna postać daty.



Data dostawy: 12 listopada 2015
Data wysyłki:
Miejsce poboru:
Inne:

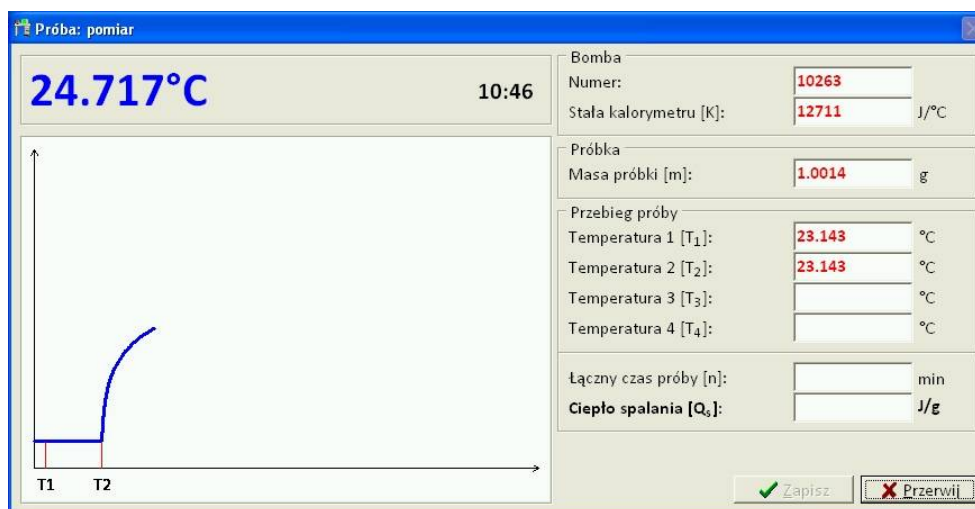
Kliknięcie przycisku **[Uruchom]** spowoduje zapisanie wprowadzonych danych i rozpoczęcie próby spalania. Zamknięcie okna przez kliknięcie przycisku **[Rezygnuj]** przerwie działanie funkcji.

7.6.2 Proces pomiaru temperatury

Podczas realizacji procesu pomiaru ciepła spalania widoczne jest okno wskazujące aktualnie odczytywaną temperaturę, czas trwania próby oraz wykres odzwierciedlający zmiany temperatury w funkcji czasu trwania próby.

Po prawej stronie wykresu wyświetlone zostaną dane bomby ([Numer], [Stała K]) oraz [Masa próbki]. W trakcie pomiaru będą wyświetlane temperatury zmierzone w charakterystycznych punktach procesu pomiarowego.

W uzasadnionym przypadku, próbę można w każdej chwili przerwać klikając przycisk [Przerwij].



Cała próba rozpoczyna się okresem wyrównania (stabilizacji) temperatury w naczyniu kalorymetrycznym (cykl 0). W tym celu uruchomione zostaje mechaniczne mieszadło. Program przejdzie do kolejnego cyklu w minutę po ustaleniu, że wahania temperatury w czasie 10 sekund nie przekraczają 0,006°C.

Okres wstępny (cykl 1) rozpoczyna się odczytem temperatury T_1 i zostanie zakończony po upływie 5 minut odczytem temperatury T_2 .

Okres główny (cykl 2) rozpoczyna się od uruchomienia zapłonu próbki. Od tego momentu, w minutowych odstępach, program określa czy następuje przyrost temperatury. Cykl ten kończy się w momencie osiągnięcia temperatury maksymalnej T_3 .

Okres końcowy (cykl 3) rozpoczyna się odczytem temperatury T_3 i zostanie zakończony po upływie 5 minut odczytem temperatury T_4 .

Jednocześnie z wyświetleniem temperatury T_4 zostanie (cykl 4) obliczone i wyświetlone ciepło spalania a nad wykresem pojawi się napis **[Koniec próby]**.



Po poprawnym zakończeniu próby można, klikając przycisk **[Zapisz]**, zachować uzyskane wyniki w tabeli wykonanych prób. Kliknięcie przycisku **[Rezygnuj]** zamyka okno próby bez zapisu.

7.6.3 Usuwanie zapisu próby z bazy danych

Istnieje możliwość usuwania z bazy danych zapisów pojedynczych prób. W tym celu należy w tabeli wykonanych prób lewym przyciskiem myszki zaznaczyć pozycje do usunięcia. Następnie należy wybrać z głównego menu pozycję **[Próby] -> [Usuń próbę]**, lub w tabeli na tej próbie kliknąć prawym przyciskiem myszki i z menu kontekstowego wybrać funkcję **[Usuń próbę]**. Usuwanie próby jest poprzedzone dodatkowym potwierdzeniem. Metoda usuwania wszystkich prób z bazy danych opisana jest w rozdziale 7.7.

7.6.4 Obliczenia ciepła spalania i wartości opałowej



Do zgromadzenia pełnych danych, zwłaszcza o badanym paliwie, oprócz określenia ciepła spalania konieczne jest dokonanie obliczeń, na podstawie wprowadzonych dodatkowych danych fizykochemicznych.

Obliczenia wykonywane są automatycznie przez program obsługujący kalorymetr. W przypadku zastosowania własnej metodologii, można skorzystać z informacji umieszczonych w rozdziale 11.

Funkcja ta, po wskazaniu w tabeli próby, dla której mają zostać wykonane obliczenia, może zostać uruchomiona: ikoną pokazaną powyżej, za pomocą funkcji **[Próby] -> [Obliczenia]** z głównego menu, klikając na wybranej próbie prawym przyciskiem myszki i z menu kontekstowego wybierając **[Obliczenia]** lub dwuklikając lewym przyciskiem myszki na wybranej próbie.

Informacje w oknie podzielone są na trzy sekcje:

[Dane analizy] – zawiera informacje o masie próbki oraz uzyskanym cieple całkowitym, czyli faktycznym cieple uzyskanym ze spalania próbki. Po wprowadzeniu wartości **[Inne efekty cieplne]** (wstępnie

podpowiadana z poprzedniego pomiaru) obliczona zostanie wartość **[Ciepło całkowite analityczne]**, będące podstawą do dalszych obliczeń.

[Dane fizykochemiczne] – zawiera dodatkowe pola (oznaczone czarnym kolorem znaków), w których można wprowadzić parametry niezbędne do przeprowadzenia pozostałych obliczeń. Wyniki obliczeń wyświetlane są w polach oznaczonych czerwonym kolorem znaków.

The screenshot shows a software window titled 'Obliczenia (Nr próby: 014/B, Data próby: 2015-11-12)'. It is divided into several sections:

- Dane analizy:**
 - Ciepło całkowite [Q]: 25702 J
 - Masa próbki [m]: 1.0014 g
 - Inne efekty cieplne [c]: 100 J
 - Ciepło całkowite analityczne [Q_a]: 25602 J
- Dane fizykochemiczne (1):**
 - Wilgość analityczna [W_a]: 0.000 %
 - Wilgość przemijająca [W_{ex}]: 0.000 %
 - Wilgość higroskopijna [W_h]: 0.000 %
 - Ciepło parowania wody [P]: 24.420 J/g
 - Wilgość całkowita [W_t]: 0.000 %
 - Popiół analityczny [A_a]: 0.000 %
 - Popiół roboczy [A_r]: 0.000 %
 - Siarka analityczna [S_{ta}]: 0.000 %
 - Siarka robocza [S_{tr}]: 0.000 %
- Dane fizykochemiczne (2):**
 - Współcz. przelicz. H na H₂O [H_w]: 8.940
 - Współcz. do obliczeń zawartości H [K_h]: 18.500
 - Wodór analityczny [H_a]: 5.405 %
 - Części lotne analityczne [V_a]: 0.000 %
 - Części lotne robocze [V_r]: 0.000 %
- Wyniki końcowe:**
 - Ciepło spalania [Q_s]: 25666 J/g
 - Ciepło spalania analityczne [Q_{sa}]: 25566 J/g
 - Ciepło spalania robocze [Q_{str}]: 25566 J/g
 - Wartość opalowa analityczna [Q_{ia}]: 24386 J/g
 - Wartość opalowa robocza [Q_{ir}]: 24386 J/g

At the bottom right, there are two buttons: 'Zapisz' (Save) and 'Rezygnuj' (Cancel).

[Wyniki końcowe] – zawiera ostateczne wyniki spalania próbki, po uwzględnienia wszystkich informacji wprowadzonych w sekcji **[Dane fizykochemiczne]**.

Pomiędzy polami można poruszać się za pomocą klawisza **[Tab]** (oznaczonego na niektórych klawiaturach znakiem **[↵]**) lub klikając na danym polu lewym przyciskiem myszki. Podczas edycji danej wartości, wszystkie inne wartości, na które ma wpływ wprowadzana wartość, są automatycznie aktualizowane. Zakres większości pól podlega kontroli zakresu i w przypadku jego przekroczenia pojawia się komunikat błędu, odtwarzana jest poprzednia wartość pola i można dokonać poprawnego wpisu.

Wartości współczynników H_w, K_h, P są pamiętane przez program i po każdym uruchomieniu funkcji obliczenia zostaną wprowadzone takie, jakie były wprowadzone podczas poprzedniego korzystania z tej funkcji. Oczywiście możliwa jest ich edycja, która spowoduje zapamiętanie nowych wartości.

7.6.5 Przeglądanie danych szczegółowych



W celu uzyskania szczegółowych danych o zapisanej próbie należy uruchomić funkcję **[Dane szczegółowe]**. Funkcja ta, po wcześniejszym wskazaniu w tabeli próby, której dane chcemy przeglądać, może zostać uruchomiona: ikoną pokazaną powyżej, za pomocą funkcji **[Próby]** -> **[Dane szczegółowe]** z głównego menu lub klikając na wybranej próbie prawym przyciskiem myszki i z menu kontekstowego wybierając **[Dane szczegółowe]**.

Dane analizy		Dane fizykochemiczne	
Numer próby:	012/A	Wilgoć analityczna [W _a]:	2.100 %
Data próby:	2015-06-23	Wilgoć przemijająca [W _{ex}]:	6.700 %
Operator:	Jolanta Kowalska	Wilgoć higroskopijna [W _h]:	2.100 %
Numer bomby:	10263	Ciepło parowania wody [P]:	24.420 J/g
Stała kalorymetru [K]:	10904 J/°C	Wilgoć całkowita [W _t]:	8.700 %
Rodzaj paliwa:	mieszanka eko1	Popiół analityczny [A _a]:	32.100 %
Ciepło całkowite [Q]:	21501 J	Popiół roboczy [A _r]:	29.936 %
Masa próbki:	1.0010 g	Siarka analityczna [S _{ta}]:	0.000 %
Inne efekty cieplne [c]:	100 J	Siarka robocza [S _{tr}]:	0.000 %
Ciepło całkowite analityczne [Q _a]:	21401 J	Współcz. przelicz. H na H ₂ O [H _w]:	8.940
Ilość w tonach:	t	Współcz. do obliczeń zawartości H [K _h]:	18.500
Dostawca:	EkoPaliwa	Wodór analityczny [H _a]:	3.600 %
Data dostawy:	2015-06-19	Części lotne analityczne [V _a]:	0.000 %
Data wysyłki:	2015-06-24	Części lotne robocze [V _r]:	0.000 %
Miejsce poboru:	Wydział 14	Wyniki końcowe	
Inne:		Ciepło spalania [Q _s]:	21480 J/g
		Ciepło spalania analityczne [Q _{sa}]:	21380 J/g
		Ciepło spalania robocze [Q _{sr}]:	19939 J/g
		Wartość opałowa analityczna [Q _{ia}]:	20543 J/g
		Wartość opałowa robocza [Q _{ir}]:	18993 J/g
		Notatki	

T1 = 19.599
T2 = 19.619
T3 = 21.586
T4 = 21.583
n = 12

Informacje w oknie podzielone są podobnie jak w oknie **[Obliczenia]**, z tym, że do edycji dopuszczone są wyłącznie pola informacyjne, nie mające bezpośredniego związku z wynikiem próby. Również tak samo jak w poprzednim oknie, pola edycyjne oznaczone są czarnym kolorem znaków.

Dodatkowymi elementami są: szkic wykresu pokazujący przebieg spalania próbki oraz pole na dodatkowe notatki dotyczące wskazanej próby. Pierwsze trzy linie tekstu zapisanego w polu **[Notatki]** będą drukowane na protokole analizy.

Aby obejrzeć dane innej próby można zamknąć to okno, z głównego okna programu wybrać inną próbę i ponownie wejść do okna **[Dane szczegółowe]**. Jednak wygodniejszą formą poruszania się po kolejnych próbach jest skorzystanie z nawigatora znajdującego się pod wykresem spalania próbki. Przyciski, w kolejności od lewej, mają następujące znaczenie: pierwsza próba, poprzednia próba, następna próba, ostatnia próba.

Zamknięcie okna lub zmiana za pomocą nawigatora bieżącej próby na inną, jest równoznaczne z zapisaniem ewentualnie wprowadzonych zmian!

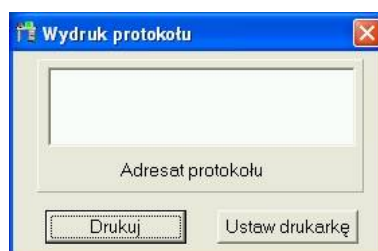
7.6.6 Wydruk protokołu analizy



Funkcja ta, po wskazaniu w tabeli próby, dla której mają zostać wykonany wydruk, może zostać uruchomiona: przedstawioną ikoną, za pomocą funkcji **[Próby] -> [Wydruk protokołu]** z głównego menu, klikając na wybranej próbce prawym przyciskiem myszki i z menu kontekstowego wybierając **[Wydruk protokołu]**, lub wciskając kombinację klawiszy **[Ctrl]+[P]**.

Protokół analizy zawiera zestawienie obliczonych wyników oraz danych o pochodzeniu próbki.

Uruchomienie funkcji spowoduje wyświetlenie okna umożliwiającego wpisanie trzech linii nagłówka protokołu.



Kliknięcie przycisku **[Drukuj]** rozpocznie proces drukowania na drukarce domyślnej lub wcześniej wybranej przyciskiem **[Ustaw drukarkę]**.

7.6.7 Obliczanie średnich wartości wyników analiz (statystyka wyników)



Kliknięcie tej ikony lub wybranie z głównego menu funkcji **[Próby] -> [Średnia z prób]**, spowoduje otwarcie okna automatycznego obliczania średnich wartości wyników analiz.

Nr średniej	Kontrahent	Data obliczenia	Nr analiz składowych	Wt	Ar	Str	Qir
P01/95	Nowak sp.c.	2015-11-16	001/A,002/A,003/A,004/A	14.050	28.160	1.314	18670
P02/95	EkoPaliwa	2015-11-16	007/A,008/A,009/A,010/A,011/A,012/A,012/A	8.643	19.861	0.000	22723

Numer próby	Wt	Wex	Wh	Wa	Aa	Ar	Sta	Str	Qsa	Qia	Qir
001/A	9.100	7.800	1.400	1.400	41.200	37.983	2.330	2.148	18719	18008	16411
002/A	9.100	7.800	1.400	1.400	41.200	37.983	2.050	1.890	18772	18061	16460
003/A	19.000	17.800	1.500	1.500	22.300	18.338	0.740	0.609	26903	25971	20923
004/A	19.000	17.800	1.500	1.500	22.300	18.338	0.740	0.609	26856	25924	20885
005/A	26.300	25.400	1.200	1.200	30.400	22.677	1.570	1.171	23222	22385	16078
006/A	26.300	25.400	1.200	1.200	30.400	22.677	1.570	1.171	23249	22412	16098
007/A	9.000	7.000	2.200	2.200	11.000	10.235	0.000	0.000	29256	28177	26048
008/A	9.000	7.000	2.200	2.200	11.000	10.235	0.000	0.000	29351	28271	26136
009/A	8.200	6.000	2.300	2.300	15.300	14.376	0.000	0.000	27757	26718	24957
010/A	8.200	6.000	2.300	2.300	15.300	14.376	0.000	0.000	27734	26696	24936
011/A	8.700	6.700	2.100	2.100	32.100	29.936	0.000	0.000	21384	20547	18997
012/A	8.700	6.700	2.100	2.100	32.100	29.936	0.000	0.000	21380	20543	18993
014/B	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	25566	25566	25566
015/K1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	25289	25289	25289

W oknie wyświetlone są dwie tabele. Tabela górna zawiera spis raportów z wcześniejszych obliczeń, zaś tabela dolna to lista zapisanych wyników przeprowadzonych prób spalania. Po prawej stronie obu tabel wyświetlony jest panel wyników, zawierający aktualnie obliczone średnie wartości.

Kliknięcie na określony wiersz górnej tabeli spowoduje jego zaznaczenie. Wciśnięcie klawisza **[ENTER]** na zaznaczonym wierszu lub dwukrotne kliknięcie go lewym przyciskiem myszki, spowoduje odczytanie z bazy danych wyników wcześniej obliczanych wartości średnich. Zostaną one wyświetlone w odpowiednich polach w panelu wyników. Na pasku tytułowym okna wyświetlany jest zawsze komplet numerów prób, których wyniki zostały użyte do obliczenia aktualnie przedstawionych wartości średnich.

Kliknięcie na określony wiersz w dolnej tabeli spowoduje jego zaznaczenie. Wciśnięcie klawisza **[ENTER]** na zaznaczonym wierszu lub dwukrotne kliknięcie go lewym przyciskiem myszki, spowoduje użycie wyników wskazanej próby do obliczenia wartości średnich. Wskazanie pierwszej próby spowoduje przepisanie wartości parametrów do odpowiednich pól na panelu wyników. Po wskazaniu i użyciu następnym wierszy dolnej tabeli, program obliczy wartości średnie z wszystkich wskazanych (wymienionych na pasku tytułowym) prób i wyświetli je w odpowiednich polach w panelu wyników.

Przed przystąpieniem do obliczeń średniej należy zadbać o wyczyszczenie pól w panelu wyników. Do tego celu należy wykorzystać opcję kasowania obliczeń, opisaną w jednym z kolejnych rozdziałów niniejszej instrukcji.

7.6.7.1 Zapis obliczonej średniej



Wartości średnie wyświetlane na panelu wyników można zapamiętać w bazie danych przez kliknięcie pokazanej obok ikony. W efekcie uruchomienia procesu zapamiętania program wyświetli okno z prośbą o wpisanie numeru porządkowego. Wprowadzenie numeru i kliknięcie przycisku **[OK]** spowoduje zapis obliczonych wartości.

Dodatkowo zostaną zapisane następujące informacje: data przeprowadzenia obliczeń, nazwa dostawcy oraz identyfikator operatora. Zostaną one pobrane z zapisu próby, którą wskazano do obliczeń średniej jako ostatnią.

7.6.7.2 Usuwanie zapisów



Zapis obliczeń średnich zawarty w bazie danych a zilustrowany w tabeli w postaci jednego wiersza można usunąć zaznaczając dany wiersz i klikając pokazaną obok ikonę.

7.6.7.3 Wydruk protokołu z obliczenia średniej



Średnie wartości parametrów wyświetlane są w polach tekstowych panelu wyników. Mogą one zostać także wydrukowane w postaci protokołu. Służy do tego pokazana obok ikona.

7.6.7.4 Kasowanie obliczonych wartości średnich



Po wciśnięciu tej ikony wartości parametrów wyświetlane na panelu wyników (z prawej strony ekranu) ulegną skasowaniu. Czynność ta musi być wykonana przed rozpoczęciem kolejnego obliczenia.

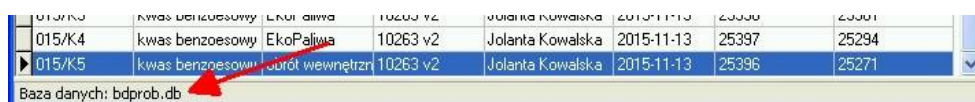
7.7 Baza danych

Z głównego menu programu dostępne są dodatkowe funkcje do obsługi bazy danych zgromadzone pod pozycją **[Baza danych]**. Funkcje te obejmują wyłącznie bazę danych przeprowadzonych prób.



[Otwórz bazę] – pozwala na otwarcie wcześniej zapisanej bazy danych prób. Pliki z danymi prób mają nazwy rozpoczynające się od „bdprob”. W przypadku wybrania złego pliku pojawia się komunikat błędu.

Po użyciu tej funkcji, otwierana baza staje się bazą domyślną (bieżącą) i wszystkie nowe próby będą do niej zapisywane. Nazwa aktualnej bazy wyświetlana jest na pasku stanu, znajdującym się w dolnej części głównego okna programu.



[Zapisz bazę jako...] – pozwala na zachowanie domyślnej (bieżącej) bazy danych prób w nowym pliku. Nazwa pliku musi rozpoczynać się od „bdprob”. Jeśli początek nazwy jest inny, to program automatycznie dopisuje „bdprob”, np. podanie nazwy „2015” spowoduje zapisanie danych pod nazwą „bdprob2015”. Próba podania nazwy pliku już istniejącego spowoduje pojawienie się dodatkowego pytania. Potwierdzenie operacji spowoduje nieodwracalne skasowanie danych z nadpisywanego pliku.

[Wyczyść bazę] – pozwala na usunięcie z domyślnej (bieżącej) bazy danych wszystkich zapisanych w niej prób. Usunięcie jest poprzedzone dodatkowym pytaniem. **Dane są usuwane nieodwracalnie.**

[Eksport bazy do pliku dbf] – funkcja opisana w następnym rozdziale.

7.7.1 Eksport danych do pliku zewnętrznego



Funkcja ta pozwala na zapisanie informacji zawartych w bazie danych prób do zewnętrznego pliku w dowolnym, wskazanym przez użytkownika, folderze dostępnym dla systemu operacyjnego.

Format utworzonego pliku jest zgodny ze standardem dBASE III. Zaawansowani użytkownicy mogą zaimportować te dane do wielu programów, w tym np. do popularnych programów biurowych Microsoft Excel i OpenOffice Calc.

Kliknięcie pokazanej wyżej ikony lub wybranie z głównego menu pozycji **[Baza danych] -> [Eksport bazy do pliku dbf]**, spowoduje otwarcie okna dialogowego umożliwiającego wskazanie folderu, w którym ma zostać zapisany plik o żądanej nazwie. Rozszerzenie pliku (.dbf) musi pozostać zgodne z formatem bazy i nie może być zmieniane. Pominięcie rozszerzenia spowoduje automatyczne jego dodanie.

7.7.2 Kopia bezpieczeństwa

Zaleca się regularne wykonanie kopii bezpieczeństwa. Zwykle wykonywane są dwa rodzaje kopii: całego komputera (w tym programu obsługującego komputer oraz zgromadzonych danych) oraz samych danych, powstałych w wyniku działania kalorymetru i programu go obsługującego. **W obu przypadkach kopia musi być wykonana na zewnętrzny nośnik (przenośny dysk twardy, pendrive, dysk sieciowy, itp.).**

7.7.2.1 Kopia pełna

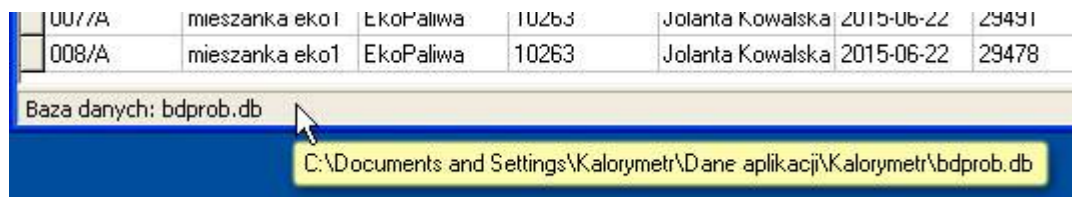
Pierwsza z tych kopii wykonywana jest zwykle przez serwis informatyczny firmy użytkującej kalorymetr. Kopia taka zawiera całą zawartość dysku komputera i pozwala w razie awarii technicznej, po wymianie uszkodzonego dysku (lub jego wyczyszczeniu/sformatowaniu, jeśli uszkodzeniu uległa tylko zawartość dysku), wykonać szybkie odtworzenie całej zawartości do stanu z dnia wykonania kopii. Do wykonania takiej kopii służy specjalne oprogramowanie (nie znajdujące się na wyposażeniu kalorymetru).

W razie awarii, przy braku takiej kopii, można ponownie zainstalować system operacyjny i wszystkie niezbędne elementy (sterowniki, aktualizacje, itp.). **Należy jednak pamiętać, że poprawne wykonanie reinstalacji oprogramowania do obsługi kalorymetru winno być zlecone serwisowi producenta.** Podejmowanie samodzielnie takiego działania, może spowodować wadliwe funkcjonowanie kalorymetru lub wręcz uniemożliwić jego działanie, a w kalorymetrze będącym na gwarancji może nastąpić jej utrata.

7.7.2.2 Kopia bazy danych

Druga z tych kopii jest elementem codziennej obsługi komputera i winna być wykonywana możliwie regularnie przez użytkownika komputera. Pozwoli to, w razie uszkodzenia komputera, na odtworzenie przez serwis producenta nie tylko oprogramowania koniecznego do pracy kalorymetru, ale i wszystkich danych z próbami spalania, rejestrem bomb oraz pozostałymi danymi, zgromadzonymi w trakcie użytkowania kalorymetru.

Baza danych znajduje się w specjalnym katalogu (folderze). Lokalizację tego katalogu można przeprowadzić najężdżając myszką na pasek stanu programu. Po chwili pojawi się „chmurka” (hint) z kompletną ścieżką i nazwą pliku z danymi z prób.



Ścieżka do danych może się różnić, w zależności od wersji systemu operacyjnego. Podana powyżej metoda jest najpewniejszym sposobem lokalizacji tego katalogu.

W katalogu znajdują się następujące pliki, których kopię należy wykonywać:

- **bdprob*.db, bdprob*.mb** – baza danych zawierająca dane z próbami spalania
- **bomby.db** – rejestr bomb
- **srednie.db** – średnie wartości wyników analiz

Może się w nim również znajdować podkatalog „backup”. Tworzony jest on przez program i automatycznie umieszczane są w nim kopie bazy danych prób.

Kopie wykonywane są podczas zamykania programu, wyłącznie w przypadku, gdy od momentu jego uruchomienia, wykonana była co najmniej jedna próba zakończona zapisem danych w bazie. W takim wypadku zamknięcie programu poprzedzone jest pytaniem: „Czy chcesz wykonać kopię zapasową bazy pomiarów?”. Odpowiedź twierdząca spowoduje stworzenie pary plików „~bdprob-RRRRMMDD.db” i „~bdprob-RRRRMMDD.mb” (oba pliki tworzą jedną całość), gdzie RRRRMMDD to data wykonania kopii.

W przypadku, gdy programu do obsługi kalorymetru tego samego dnia otwierany i zamykany jest wielokrotnie, i gdy w każdej z sesji wykonywana jest co najmniej jedna próba, dane zapisywane są pod tą samą nazwą.

Uwaga: Kopie automatyczne nie zabezpieczają danych w przypadku uszkodzenia dysku twardego komputera, a jedynie przed przypadkowym uszkodzeniem plików z danymi, spowodowanymi np. przez nieoczekiwane wyłączenie komputera (zanik napięcia, przypadkowy błąd operatora, itp.) lub ewentualne błędy w programie obsługującym kalorymetr.

Jedynym skutecznym zabezpieczeniem danych jest regularne wykonywanie kopii bazy danych na nośniku zewnętrznym.

7.8 Bomby

7.8.1 Rejestr bomb



Kliknięcie tej ikony lub wybranie z głównego menu funkcji **[Bomby]** -> **[Rejestr bomb]**, spowoduje otwarcie okna rejestru bomb. W wyświetlonej tabeli zawarte są informacje opisujące posiadane bomby kalorymetryczne.



Nr bomby	Data pierwszej próby	Ilość prób	Stała K
▶ 10263	2015-02-01	54	12711

Wprowadzenie nowej bomby do rejestru następuje po wciśnięciu przycisku .



Rejestracja nowej bomby

Numer nowej bomby:

Numer bomby kalorymetrycznej (wybity na jej korpusie) powinien być stosowany w programie, aby nie doprowadzić do pomyłki podczas przygotowywania próby, a tym samym do błędnych wyników związanych z zastosowaniem błędnej stałej K. Podczas eksploatacji bomby kalorymetrycznej, co pewien czas wymagana jest jej konserwacja, przeprowadzana przez serwis producenta (patrz: rozdział 1.2). Każda taka konserwacja ma wpływ na właściwości bomby i przed jej pierwszym użyciem należy wykonać wyznaczenie nowej stałej K. Ponieważ numer bomby podczas konserwacji nie ulega zmianie, zalecane jest dodanie do jej numeru dodatkowego wyróżnika, który odróżni poszczególne wpisy w rejestrze bomb, oraz podczas wybierania bomby przy tworzeniu nowej próby.




Rejestracja nowej bomby


Numer nowej bomby:

Aby móc korzystać z tak dopisanej bomby należy wyznaczyć stałą K. Do tego czasu stała ta jest pusta.



Nr bomby	Data pierwszej próby	Ilość prób	Stała K
10263	2015-02-01	54	12711
10263 v2		0	

Stare, już nie używane pozycje w rejestrze bomb mogą być w każdej chwili usunięte. Po wybraniu pozycji do usunięcia, należy wcisnąć przycisk . Usunięcie odbywa się za dodatkowym potwierdzeniem.

Ostatnią z funkcji dostępnych w rejestrze bomb jest możliwość dokonywania ręcznej modyfikacji numeru bomby oraz stałej K. W tym celu należy wcisnąć przycisk  (czynność ta jest niedostępna dla nowych bomb, które nie miały jeszcze wyznaczonej stałej K).



Modyfikacja Stałej K może spowodować uzyskiwanie błędnych wyników !!!
Zmiany tylko w uzasadnionych przypadkach.

Numer bomby: 10263
Stała K: 12711

Zapisz Rezygnuj

Należy mieć jednak świadomość, że korygowanie stałej K, po już przeprowadzonych badaniach, zmienia także uzyskiwane wyniki ciepła spalania i wartości opałowej dla nowych prób.

Jest to na pewno przydatne podczas procesu wyznaczania stałej K z użyciem paliwa wzorcowego, chcąc uzyskać większą precyzję uzyskanych wyników, np. gdy wykonujemy dodatkowe spalania, tzw. sprawdzające. Podobna sytuacja występuje, jeśli chcemy uzyskane wyniki porównywać z wynikami otrzymanymi z innych kalorymetrów, które wcale nie muszą być bardziej wiarygodne od uzyskanych przez nas. Ich wartości mogą być przesunięte lekko w górę lub w dół, ze względu na metodologię i specyfikę prowadzonych badań.

Obliczanie i samą procedurę wyznaczania stałej kalorymetru opisano w kolejnym rozdziale.

7.8.2 Obliczanie stałej K



Kliknięcie tej ikony, lub wybranie z głównego menu funkcji **[Bomby]** -> **[Obliczanie stałej K]**, spowoduje otwarcie okna z tabelą wcześniej wykonanych i zapamiętanych prób.

@	Nr próby	Bomba Nr	Data próby	Stała K	Q _{sa}
	001/A	10263	2015-05-07	10904	18719
	002/A	10263	2015-05-07	10904	18772
	003/A	10263	2015-05-07	10904	26903
	004/A	10263	2015-05-07	10904	26856
	005/A	10263	2015-05-11	10904	23222
	006/A	10263	2015-05-11	10904	23249
	007/A	10263	2015-06-22	10904	29256
	008/A	10263	2015-06-22	10904	29351
	009/A	10263	2015-06-23	10904	27757
	010/A	10263	2015-06-23	10904	27734
	011/A	10263	2015-06-23	10904	21384
	012/A	10263	2015-06-23	10904	21380
	014/B	10263	2015-11-12	12711	25566
	015/K1	10263 v2	2015-11-13		25289
	015/K2	10263 v2	2015-11-13		25279
	015/K3	10263 v2	2015-11-13		25301
	015/K4	10263 v2	2015-11-13		25294
	015/K5	10263 v2	2015-11-13		25271

Dodaj

Q_w

Q_s

K

Wartość **Q_{sa}** oznacza wartość ciepła spalania, minus sumę poprawek.

Z prawej strony tabeli znajdują się rubryki określające wartość następujących parametrów:

- ciepło spalania **Q_w** paliwa wzorcowego, którym może być, i najczęściej jest, kwas benzoesowy (wartość podana przez jego producenta),
- średnia wartość ciepła spalania **Q_s** liczona ze wskazanych prób spalania paliwa wzorcowego
- obliczana stała K wybranej bomby, dla której wykonywane są obliczenia.

Postępowanie jest następujące:

- w celu obliczenia stałej należy wpisać w pole **Q_w** wartość ciepła spalania dla użytej substancji wzorcowej,
- na liście wykonanych już prób należy wskazać, które wyniki mają zostać użyte do obliczeń; wybrana próba zostanie ujęta w obliczeniach po jej wskazaniu na liście prób i kliknięciu przycisku [Dodaj] lub dwukliknięciu lewym przyciskiem myszki na wskazanej pozycji; wybrane próby są zaznaczone w tabeli w kolumnie „@” znakiem gwiazdki,
- każde wskazanie kolejnego wyniku spowoduje automatyczne wyliczenie średniej wartości spalania **Q_s** oraz przeliczenie stałej K,
- zapisanie obliczonej stałej kalorymetru w rejestrze bomb nastąpi dopiero przy zamknięciu okna; zapis poprzedzony jest dodatkowym potwierdzeniem.

Nr próby	Bomba Nr	Data próby	Staka K	Qsa
001/A	10263	2015-05-07	10904	18719
002/A	10263	2015-05-07	10904	18772
003/A	10263	2015-05-07	10904	26903
004/A	10263	2015-05-07	10904	26856
005/A	10263	2015-05-11	10904	23222
006/A	10263	2015-05-11	10904	23249
007/A	10263	2015-06-22	10904	29256
008/A	10263	2015-06-22	10904	29351
009/A	10263	2015-06-23	10904	27757
010/A	10263	2015-06-23	10904	27734
011/A	10263	2015-06-23	10904	21384
012/A	10263	2015-06-23	10904	21380
014/B	10263	2015-11-12	12711	25566
* 015/K1	10263 v2	2015-11-13		25289
* 015/K2	10263 v2	2015-11-13		25279
* 015/K3	10263 v2	2015-11-13		25301
* 015/K4	10263 v2	2015-11-13		25294
* 015/K5	10263 v2	2015-11-13		25271

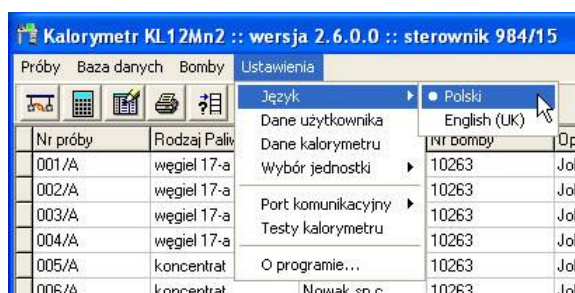
Dodaj
 Qw: 26451
 Qs: 25287
 K: 13138

7.9 Ustawienia

Z głównego menu programu dostępne są dodatkowe funkcje do ustawienia programu oraz kilka prostych testów kalorymetru. Zgromadzone są one pod pozycją **[Ustawienia]**.

7.9.1 Język

Funkcja umożliwiająca zmianę wersji językowej. Obecnie dostępna jest wersja polska oraz angielska.



7.9.2 Dane użytkownika

Funkcja umożliwiająca wpisanie danych o użytkowniku. Dane te są używane podczas tworzenia wszystkich raportów dostępnych w programie.

Dane użytkownika programu

Nazwa firmy: PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.

Kod pocztowy: 85-451

Miejscowość: Bydgoszcz

Ulica: ul. Grunwaldzka 207, budynek D

Numer telefonu: +48 52 3259360

Adres e-mail: laboratorium@precyzja-bit.pl

OK

7.9.3 Dane kalorymetru

Funkcja wyświetla numer fabryczny sterownika podłączonego do komputera oraz datę kolejnego przeglądu technicznego. Numer sterownika wyświetlany jest dodatkowo na pasku tytułowym głównego okna programu.

Dane kalorymetru

Numer fabryczny podłączonego sterownika: 984/15

Data następnego przeglądu technicznego: 2016-08-12

OK

7.9.4 Wybór jednostki

Funkcja pozwala na dokonanie zmiany i przeliczenia wszystkich wartości ciepła z **[J/g]** (Joule/gram) na **[cal/g]** (caloria/gram) lub odwrotnie. Podane wartości w **[J/g]** są tożsame z wartościami w **[kJ/kg]**, a wartości **[cal/g]** z wartościami **[kcal/kg]**.

Kalorymetr KL12Mn2 :: wersja 2.6.0.0 :: sterownik 984/15

Próby Baza danych Bomby Ustawienia

Nr próby Rodzaj Paliv

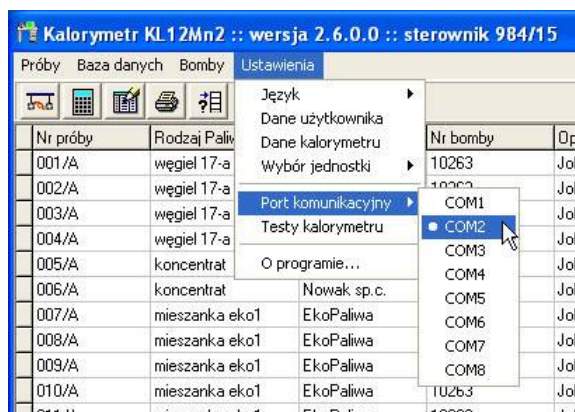
Nr próby	Rodzaj Paliv	Nr bomby	Opera
001/A	węgiel 17-a		ant
002/A	węgiel 17-a		ant
003/A	węgiel 17-a		Jolant
004/A	węgiel 17-a	10263	Jolant
005/A	koncentrat	10263	Jolant
006/A	koncentrat	10263	Jolant

Wybór jednostki

- J/g = kJ/kg
- cal/g = kcal/kg

7.9.5 Port komunikacyjny

Funkcja umożliwiająca zmianę numeru portu komunikacyjnego COM w ramach od COM1 do COM8 (w zależności od wyposażenia zainstalowanego w komputerze). Więcej informacji dotyczących portu komunikacyjnego znajduje się w rozdziale 7.3.



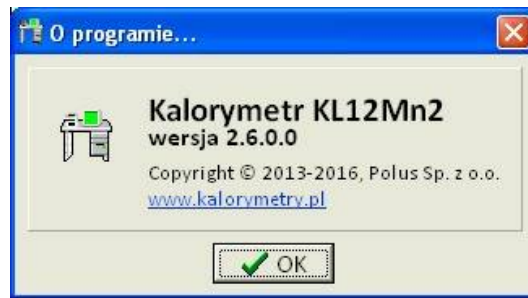
7.9.6 Testy kalorymetru

Funkcja ta jest uproszczonym testem trzech głównych elementów kalorymetru: czujnika temperatury, silnika mieszadła oraz układu zapłonu próbki. Testy te są wykonywane przez serwis producenta lub przez użytkownika, w porozumieniu z serwisem producenta.



7.9.7 O programie...

Ostatnia z dostępnych w tym menu funkcji wyświetla informację o programie, jego wersji, uwarunkowaniach licencyjnych oraz adresie www strony producenta. Można na niej znaleźć bieżącą informację o wszystkich produktach związanych z techniką kalorymetryczną, będących w ofercie producenta.



Można także znaleźć na niej informacje o dodatkowych akcesoriach i materiałach eksploatacyjnych oferowanych przez producenta dla tego modelu kalorymetru, w tym: tygielkach, drucie oporowym, kwasie benzoesowym, uszczelkach, termometrach, specjalnych wykonaniach bomb kalorymetrycznych, wagach laboratoryjnych, itp.

8 Opis czynności pomocniczych

8.1 Przygotowanie stanowiska do napełniania bomby tlenem

W celu zapewnienia bezpieczeństwa i poprawności postępowania należy wykonać następujące czynności:

1. Butla z tlenem powinna być zabezpieczona łańcuchem lub innym zamknięciem przed możliwością jej wywrócenia. W pobliżu butli nie mogą znajdować się grzejniki.
2. Do butli tlenowej przykręcić reduktor tlenowy z manometrem o zakresie 19,62 MPa (200 at) i **ustawić ciśnienie na wartość zgodną z ciśnieniem wylotowym zastosowanego reduktora (zwykle oznaczone na manometrze czerwoną kreską i podane w tabeli danych technicznych reduktora).**

*Uwagi: W niniejszej instrukcji, ciśnienia podawane są w jednostkach **MPa** (mega Pascal) oraz **at** (Atmosfera techniczna = 0,098 MPa).*

*W praktyce często spotykaną jednostką ciśnienia jest również **bar**. Wartość 1 bar to około 1,02 at, dlatego z dokładnością wystarczającą przy korzystaniu z kalorymetru można założyć, że 1 bar jest równy 1 at.*

Również spotykaną jednostką jest kG/cm^2 . W tym przypadku przelicznik jest prostszy – z definicji fizycznej: $1\text{kG/cm}^2 = 1\text{ at}$.

3. Do wylotu reduktora przymocować giętki wąż łącznikowy, zwany potocznie, choć niezbyt precyzyjnie „kapilarą” (kiedyś była to specjalnie gięta i uzbrojona metalowa rurka).



fot. 8.1

Uwagi: Zachować szczególną ostrożność i przestrzegać warunków bezpieczeństwa w pracy z tlenem pod wysokim ciśnieniem!

Żadnej części bomby kalorymetrycznej, ani reduktora, ani też butli z tlenem nie wolno niczym smarować. Zanieczyszczenie, zwłaszcza tłuszczami, stwarza niebezpieczeństwo pożaru, a nawet wybuchu!.

Do otwierania zaworów butli tlenowej nie wolno używać młotków lub innych narzędzi udarowych.

Reduktor umocowany na butli nie powinien być skierowany w stronę miejsc najczęściej zajmowanych przez osoby, a w czasie napełniania bomby tlenem nie należy się nad nią pochylać.

Nie należy „łamać” węża łącznikowego.

Butla z tlenem technicznym nie stanowi wyposażenia kalorymetru, ani też nie jest oferowana jako wyposażenie dodatkowe. Wypożycza się ją od specjalistycznych firm zajmujących się dystrybucją gazów technicznych. Najczęściej pełna butla z takim tlenem posiada ciśnienie 150 at. Butle z tlenem są koloru niebieskiego lub niebieskiego z częścią białą przy zaworze i oferowane są o różnych pojemnościach.

8.2 Przygotowanie płaszczu wodnego kalorymetru

Płaszcz kalorymetru wypełnia się wodą przez otwór wlewowy. Wody tej w zasadzie nie wymienia się. Reguluje się natomiast jej temperaturę do temperatury otoczenia, korzystając w tym celu z węzownicy (patrz: rys. 5.1, poz. 7c). Przed odczytem temperatury w płaszczu należy kilkakrotnie poruszać mieszadłem ręcznym (patrz: rys. 5.1, poz. 7d).

Różnica pomiędzy temperaturą wody w płaszczu a temperaturą otoczenia nie powinna przekraczać $0,5^{\circ}\text{C}$ (K). Do naczynia kalorymetrycznego (patrz: rys. 5.1, poz. 6) należy wlać wodę o niskiej twardości (destylowaną lub zdemineralizowaną). Woda powinna mieć taką temperaturę, aby po wykonaniu pomiaru była możliwie o tyle wyższa od temperatury wody w płaszczu kalorymetru, o ile przed pomiarem była od niej niższa. Warunek ten jest na ogół spełniony, jeśli przed pomiarem w naczyniu kalorymetrycznym temperatura wody jest o $1,0 \div 1,5^{\circ}\text{C}$ (K) niższa niż temperatura wody w płaszczu kalorymetru.

Ilość wody w naczyniu kalorymetrycznym powinna być tak dobrana, aby zawory wystające z głowicy bomby były zanurzone do około $2/3$ wysokości zaworu wylotowego. Warunek ten jest spełniony przy użyciu $2,7 \text{ dm}^3$ (2700 cm^3 , tj. 2,7 l) wody. Ilość zużytej wody do pomiaru powinna być zawsze taka sama przy oznaczaniu pojemności (wartości) cieplnej kalorymetru, czyli tzw. stałej kalorymetru. Dopuszczalna różnica wynosi $0,5\text{g}$ dla wody wraz z naczyniem. W czasie ważenia naczynia kalorymetrycznego wraz z wodą, ścianki wewnątrz naczynia ponad powierzchnią wody oraz na zewnątrz naczynia, powinny być suche.

Do kolejnych oznaczeń wystarczy tylko częściowa wymiana wody w naczyniu kalorymetrycznym w celu uzyskania jej właściwej temperatury. Naczynie kalorymetryczne wraz z wodą przenosi się za pomocą uchwytów i ustawia w płaszczu kalorymetru na podstawie izolacyjnej znajdującej się na dnie.

Naczynie kalorymetryczne należy ustawić w takiej pozycji, aby wycięcie znajdujące się na jego obrzeżu znajdowało się na wprost wyjścia przewodów zapłonowych ze ściany wewnętrznej płaszczu.

8.3 Wyznaczenie (obliczenie) i zapamiętanie stałej kalorymetru K

Wartość stałej kalorymetru K należy każdorazowo aktualizować, gdy w pomieszczeniu, w którym odbywa się pomiar, zmieniają się warunki temperaturowe i wilgotnościowe. Związane jest to z porą roku i okresami ogrzewania pomieszczeń.

1. W oknie „Dane o próbce” (opis: rozdział 7.6.1) wybrać „Numer bomby”, dla której ma zostać wyznaczona stała K. Bomba ta musi być wcześniej wprowadzona do „Rejestru bomb” (opis: rozdział 7.8.1).
2. Wykonać co najmniej 5 spalań ok. 1-gramowych próbek paliwa wzorcowego, w taki sam sposób, jak ma to miejsce w normalnych próbach wykonywanych dla badanej substancji (paliwa). Wyniki prób należy zapisać w bazie danych.
3. Uruchomić w programie funkcję „Obliczanie stałej K” (opis: rozdział 7.8.2) i postępować wg komunikatów na ekranie oraz wg instrukcji.
4. Obliczona wartość stałej kalorymetru zostanie przypisana wskazanej bombie.

Istnieje również możliwość ręcznego obliczenia stałej kalorymetru K według dowolnej normy lub według wzorów przedstawionych w rozdziale 11.2.

8.4 Przygotowanie próbki badanej substancji (paliwa)

8.4.1 Przygotowanie substancji (paliwa)

Próbkę badanej substancji przygotowuje się w formie rozdrobnionej (sypkiej) lub w postaci specjalnie przygotowanej pastylki.

Najpierw należy pobrać próbkę analityczną, przy czym dla standardowych paliw kopalnych najlepiej o ziarnie poniżej 0,2 mm. Badaną próbkę, jeśli nie ma ona odpowiednio rozdrobnionej postaci, mieli się w specjalnym młynku wyposażonym w odpowiednie noże, które dobierane są w zależności od tego czy substancja jest materiałem kruchym, jak np. węgiel, czy też włóknistym, jak np. różnego rodzaju biomasy (młynek nie jest standardowym wyposażeniem kalorymetru, ale może być dostarczony jako wyposażenie dodatkowe).

Następnie, należy bardzo dokładnie wymieszać badaną substancję, po czym z różnych jej miejsc pobrać co najmniej 3 mniej więcej równe porcje, które złożą się na jedną, spalaną jednorazowo, próbkę. **Łączna uzyskana masa przygotowanej jednej próbki powinna być taka, aby po jej spaleniu temperatura wody w naczyniu kalorymetrycznym podniosła się o ok. $1,8 \div 3,0$ stopnia.**

W każdym przypadku odważania należy przeprowadzić z dokładnością do 0,0002 g.

8.4.2 Umieszczenie substancji (paliwa) w tyglu

Jest kilka metod umieszczenia badanej próbki w tyglu:

- **luzem**

Jest to najdogodniejszy i najprostszy sposób. W tym przypadku zaleca się dokonywać naważenia próbki wprost w wyczyszczonym i wyprażonym tyglu.

Ze środkowej części uprzednio odważonego drutu o długości $10 \div 12$ cm należy wykonać 3 zwoje o średnicy ok. 2 mm (np. przez jego nawinięcie na pręcie o podanej średnicy) i zanurzyć je w próbce paliwa (informacja o drucie zapłonowym znajduje się w rozdziale 8.4.4).

Założenie tak przygotowanego drutu dokonuje się po umieszczeniu tygla w specjalnej obsadzie na rurce wlotowej w głowicy bomby kalorymetrycznej. Głowica bomby umieszczona jest w tym czasie na specjalnym statywie (patrz: rozdział 9).

Jeżeli do oznaczania stosuje się tygły metalowe należy zwrócić uwagę, aby drut nie dotykał tygla, co może spowodować nieprawidłowe wykonanie próby, zwarcie w układzie zapłonowym, a nawet spowodować uszkodzenie kalorymetru. Tygły metalowe użytkownik stosuje wyłącznie na własną odpowiedzialność, a ewentualne błędy lub uszkodzenia nie mogą być podstawą do jakichkolwiek roszczeń w stosunku do producenta urządzenia.

- **w postaci uformowanej pastylki**

Przy formowaniu pastylki w prasce (pastylkarce) należy wprasować w nią środkowy odcinek uprzednio zważonego drutu zapłonowego o długości 10÷12 cm i razem z drutem próbkę ponownie zważyć (sposób korzystania z pastylkarki opisany jest rozdziale 8.4.3).

Jeżeli w prasce formowano uprzednio pastylki próbek innych substancji, wówczas należy odrzucić dwie pierwsze uformowane pastylki (dla oszczędności przygotowane bez drutu zapłonowego), w celu uniknięcia zanieczyszczenia formowanej pastylki resztkami poprzednio badanej substancji.

- **w woreczku kolodionowym**

Jeżeli próbkę umieszcza się w woreczku kolodionowym, należy go uprzednio zważyć, po czym zważyć ponownie woreczek wraz z próbką, związać i owinąć odważonym drutem oporowym o długości 10÷12 cm.

Woreczek kolodionowy wykonuje się w ten sposób, że do próbki wlewa się 4%-owy eterowy roztwór kolodium i rozprowadza po ściankach próbki. Utworzony po kilku godzinach (po odparowaniu eteru) woreczek wyjmuje się z próbki i suszy na powietrzu a następnie w eksykatorze.

Przy sporządzaniu woreczków kolodionowych należy przestrzegać przepisów BHP związanych z pracą z substancjami łatwo palnymi i wybuchowymi.

- **w bibułce**

Stosując bibułkę, należy ją uprzednio zważyć, a następnie opakować w nią próbkę badanej substancji. W kolejnym kroku zważyć całość, związać i owinąć odważonym drutem zapłonowym o długości 10÷12 cm.

Do oznaczania może być stosowana bibułka papierosowa lub jedwabna, bezpopiołowa o gramaturze ok. 15 g/m², pocięta na kwadraty o boku 5÷7 cm. Bibułka nie powinna zawierać siarki, ani nie powinna być sklejana lub zadrukowana. Jeżeli ciepło spalania bibułki nie jest znane, należy oznaczyć je dla każdej posiadanej partii. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nieróżniących się więcej niż o 62,8 kJ (kg) tj. 15 cal (g). W przypadku otrzymania większej różnicy, oznaczenie ciepła spalania samej bibułki należy powtórzyć.

- **luzem z domieszką paliwa wzorcowego**

Metodologia postępowania jest analogiczna do wcześniej opisanej metody „luzem”. Stosuje się ją dla substancji trudnozapalnych (węgla o bardzo dużej zawartości popiołu, trudnopalnej biomasy, materiałów izolacyjnych i budowlanych, różnych substancji odpadowych, paszy, żywności itp.).

Przygotowując takie próbki można uprzednio zmieszać badaną substancję z paliwem wzorcowym (np. kwasem benzoesowym) lub np. z łatwo zapalnym węglem o znanym cieple spalania.

- **luzem z domieszką substancji neutralnej np. wiążącej dodatkowo produkty spalania**

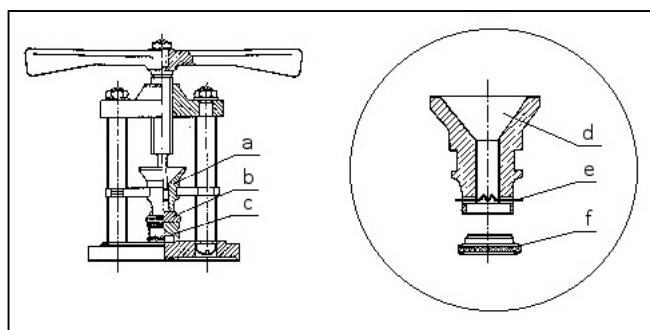
Metodologia postępowania jest również analogiczna do wcześniej opisanej metody „luzem”. Stosuje się ją dla substancji wydzielających bardzo dużą ilość ciepła (wysokoenergetycznych), jak też dla płynów i zawiesin szybko parujących. Znaczne obniżenie wagi badanej próbki substancji wysokoenergetycznej może pogorszyć dokładność uzyskiwanych wyników, a tym samym obliczanych wartości opałowych. Stąd konieczność zastosowania tzw. wypełniaczy, tj. substancji najczęściej neutralnych w procesie spalania.

Materiałami wysokoenergetycznymi mogą być takie substancje jak: tworzywa sztuczne i ich odpady, płynne paliwa specjalnego przeznaczenia, materiały wybuchowe, itp. Płynami i zawiesinami szybko parującymi są: rozpuszczalniki, rozcieńczalniki, lakiery, farby, itp. Materiały te mogą również podczas spalania wydzielać dużo ciepła, czyli mogą być wysokoenergetyczne.

Przygotowując takie próbki można mieszać badaną substancję z materiałem neutralnym (wypełniaczem). Najczęściej jest to być substancja niepalna i niewchodząca w żadną reakcję z substancją badaną. Jeśli jest to jednak substancja palna, wówczas musi być dokładnie znane jej ciepło spalania i wagowa ilość w badanej próbce. Może to być również substancja wchodząca w reakcję z produktami spalania, przez co ułatwia późniejsze przeprowadzenie oznaczenia chemicznego, którego celem jest określenie udziału różnych składników np. paliwa w procesie jego spalania. Takimi oznaczanymi składnikami najczęściej są: siarka, wodór, chlor itp., a substancją będącą wypełniaczem najczęściej jest specjalna mieszanina Eschki.

8.4.3 Wykorzystanie praski (pastylkarki)

Jeśli badana próbka ma być uformowana w postać pastylki, wówczas używamy do tego celu specjalnej mechanicznej praski (pastylkarki), przedstawionej schematycznie na rys. 8.1.



rys. 8.1

Próbkę sprasowuje się w odpowiedniej tuleji (a) przy użyciu tłoka i śruby. Od dołu tuleja formująca zamknięta jest dnem w postaci łatwo usuwalnej wkładki (b i f). Wkładka spoczywa na podporze (c) wysuwalnej spod praski. W celu sporządzenia pastylki należy: z tulei wykręcić tłok, wyjąć tuleję formującą, umieścić drucik zapłonowy (e), a następnie zamknąć i docisnąć wkładkę spód tulei.

Następnie należy wsypać rozdrobnioną (sproszkowaną) substancję (d), by w kolejności: osadzić tuleję na ruchomej poprzeczce praski, wsunąć podporę pod wkładkę, oraz wkręcić tłok do oporu. Po zaformowaniu substancji, należy wysunąć podporę i wykręcić tłok, aż do wypadnięcia pastylki.

Należy pamiętać, że dla każdej spalanej próbki musi być ustalona precyzyjnie jej waga, z maksymalną dokładnością, na jaką pozwala posiadana waga analityczna (laboratoryjna). Program umożliwia wprowadzenie wagi próbki z dokładnością do 0,0001 g. Najczęściej, dla standardowych paliw kopalnych, stosuje się do spalania naważki o wadze zbliżonej do 1 grama.

Są różne metody określania wagi netto badanej substancji, w zależności od metody przygotowania próbki. Na przykład dla naważki zasypywanej bezpośrednio do tygielka waży się najpierw pusty tygiel (tara), a następnie tygiel z przygotowanym do spalania materiałem próbki (brutto). Po odjęciu wagi tygielka wraz z zawartością od wagi pustego tygielka otrzymamy wagę (netto) badanej próbki. Można też wytarować wagę wraz z umieszczonym tygielkiem. Wówczas po umieszczeniu w nim próbki badanej substancji otrzymamy wprost jej wagę netto.

W przypadku ważenia przygotowanych do spalania pastylek z zatopionym w nich drutem zapłonowym, należy również uwzględnić wagę drutu. Podobnie jest w przypadku stosowania woreczków kolodionowych lub bibulek.

Waga laboratoryjna (analityczna), niezbędna do ważenia badanych substancji i innych składników procesu spalania, nie jest standardowym wyposażeniem dostarczanym wraz z kalorymetrem i należy, w razie potrzeby, zamówić ją osobno.

8.4.4 Drut zapłonowy (oporowy) i jego zamocowanie

Najczęściej stosuje się drut zapłonowy o średnicy 0,1 mm i cieple spalania 6698,9 kJ/kg (1600 cal/g), ale można również zastosować i inny drut o podobnych parametrach, pod warunkiem, że znane jest dokładnie jego ciepło spalania.

Końce drutu zapłonowego wcześniej przygotowanej próbki należy zamocować na elektrodach w głowicy bomby kalorymetrycznej. W tym celu należy podnieść tulejki zaciskowe, wsunąć końcówki drutu w nacięcia elektrod i nasunąć z powrotem zaciski.

Elektrody powinny być dobrze wyczyszczone – złe przyleganie drutu oporowego do elektrod może podczas zapłonu spowodować tworzenie się łuku elektrycznego, w bardzo istotny sposób zniekształcającego wynik pomiaru, oraz mogącego spowodować uszkodzenie elektrod!

8.5 Przygotowanie bomby kalorymetrycznej do próby

8.5.1 Montaż bomby

Do korpusu bomby, za pomocą pipety, należy wlać **0,002 ÷ 0,005 dm³ (2 ÷ 5 cm³) wody destylowanej**. Ilość wody powinna być zawsze jednakowa i taka sama, jaką użyto do wyznaczenia stałej kalorymetru K. Następnie głowicę bomby wraz z próbką należy przenieść ostrożnie (nie przechylać!) ze statywu, połączyć z korpusem i zamknąć szczelnie bombę przez dokręcenie zakrętki samouszczelniającej.

Przenieść ostrożnie bombę w pozycji pionowej na specjalną podstawkę/klucz (patrz: rozdział 9) przymocowaną na stałe w pobliżu wcześniej przygotowanego (patrz: rozdział 8.1) stanowiska do napełniania bomby tlenem.

8.5.2 Napełnianie bomby tlenem

Poniżej została szczegółowo opisana metodologia postępowania przy wykonywaniu bardzo ważnej operacji jaką jest napełnianie bomby kalorymetrycznej tlenem technicznym. Podczas całej operacji należy zachować szczególną ostrożność i ściśle stosować się do informacji zawartych w niniejszej instrukcji oraz do przepisów BHP opisujących postępowanie przy korzystaniu ze sprężonego tlenu.

Niezastosowanie się do tych zaleceń może spowodować zagrożenie dla zdrowia i życia obsługi!

Do pracy z kalorymetrem najczęściej stosowany jest tlen techniczny O₂ o czystości 99,5%. Przy czym dla poprawności przebiegu procesu spalania dopuszcza się zawartość tlenu na poziomie nawet ok. 98%.

W przypadku spalania substancji łatwopalnych i wysokoenergetycznych dopuszcza się możliwość wykorzystania (zamiast tlenu technicznego) tzw. nitroksu (nitroxu), w którym zawartość tlenu jest obniżona do 75% a nawet do 50%. W nitroksie pozostałą część zajmuje azot, który jeśli nie wchodzi w reakcję z badaną substancją, jest neutralny w procesie spalania.

Używanie tlenu medycznego jest dozwolone, lecz ekonomicznie nieuzasadnione.

Do prawidłowego wykonania pomiaru należy napełnić bombę tlenem do wymaganego dla badanej substancji ciśnienia. Najczęściej jest to ciśnienie 3,0 MPa ±0,2 MPa (30 at ±2 at).

Wartość tego ciśnienia nie jest jednak regułą, gdyż w sposób istotny zależy od łatwopalności badanej substancji. Jeśli ustawimy za niskie ciśnienie (np. 2,5 MPa / 25 at) można wówczas je zwiększyć (gdy pozostaną po przeprowadzonej próbie spalania resztki niespalonej substancji), lub zmniejszyć (gdy powstały popiół jest rozdmuchiwany na wewnętrzne ścianki bomby kalorymetrycznej).

Przykłady stosowanych ciśnień dla popularnych paliw kopalnych:

- 2,0 MPa \pm 0,2 MPa (20 at \pm 2 at) - przy badaniu węgla brunatnego
- 2,5 MPa \pm 0,2 MPa (25 at \pm 2 at) - przy badaniu węgla kamiennego
- 3,0 MPa \pm 0,2 MPa (30 at \pm 2 at) - przy badaniu koksu lub węgla o wysokiej zawartości popiołu

W celu bezpiecznego napełnienia bomby należy wykonać następujące czynności:

- Zamknąć zawór wylotowy bomby.
- Zamknąć zawór wylotowy w wężu łącznikowym.



fot. 8.2

- Wykręcić z zaworu wlotowego bomby specjalny wkręt zabezpieczający wlot. Dzięki radełkowanemu brzegowi wkręta, nie używa się do tego celu żadnych narzędzi.
- Do zwolnionego zaworu wlotowego należy wkręcić mosiężny króciec (łącznik), będący elementem szybkozłącza. Końcówkę dokręcić mocno i do oporu, ale wyłącznie palcami, bez użycia jakichkolwiek narzędzi.



fot. 8.3

- W końcówkę węża wpiąć specjalną szybkozłączkę, znajdującą się na zakończeniu giętkiego węża łącznikowego.



fot. 8.4

- Otworzyć zawór wylotowy (spustowy) bomby poprzez wkręcenie regulatora zaworu, wykonując jeden jego obrót zgodnie z ruchem wskazówek zegara (w prawo).
- Otworzyć zawór butli z tlenem, a następnie uregulować ciśnienie wyjściowe w reduktorze na butli tlenowej na wartość równą 3,0 MPa (30 at) lub inną zgodną z wymogami dla spalanej substancji.
- Otworzyć zawór wylotowy reduktora, a następnie zamknąć zawór wylotowy (spustowy) bomby poprzez wykręcenie regulatora zaworu, kręcąc nim w kierunku przeciwnym do ruchu wskazówek zegara (w lewo) i aż do oporu.

Czas między otwarciem zaworu wylotowego reduktora a zamknięciem zaworu wylotowego bomby jest przeznaczony na wyparcie powietrza znajdującego się w bombie kalorymetrycznej przez tlen. Nie pochylać się nad bombą i nie dotykać jej podczas ładowania!



fot. 8.5

- Po uzyskaniu w bombie kalorymetrycznej wymaganego ciśnienia, zamknąć dopływ tlenu do bomby przez zakręcenie zaworu wylotowego reduktora, a następnie zaworu na butli.
- Otworzyć zawór wylotowy w węży łącznikowym.
- Odłączyć wąż do napełniania bomby tlenem ściągnąjąc tulejkę szybkozłączki z mosiężnego króćca.
- Dla zachowania czystości otworu zaworu wlotowego po zakończeniu napełniania bomby tlenem zaleca się wykręcić mosiężny króciec, a w jego miejsce wkręcić, wcześniej wykręcony, specjalny radetkowany wkręt zaworu.

8.6 Umieszczenie bomby w kalorymetrze

1. Bombę przenieść ostrożnie w pozycji pionowej do kalorymetru i wstawić do naczynia kalorymetrycznego z przygotowaną wodą, trzymając ją za wystające zawory. Zwrócić uwagę, aby nie zanieczyścić króćca do ładowania tlenem.

Uwaga: Jeśli odległość pomiędzy stanowiskiem do napełniania bomby tlenem a kalorymetrem jest zbyt duża, to zaleca się przenoszenie bomby trzymając ją nie bezpośrednio dłońmi, lecz np. dłońmi w bawełnianej rękawiczce (np. popularnej „ogrodnicze”). Zapobiegnie to niekontrolowanemu podniesieniu się temperatury korpusu bomby, co mogłoby w konsekwencji zakłócić lub wydłużyć proces stabilizacji temperatury wody w naczyniu kalorymetrycznym.

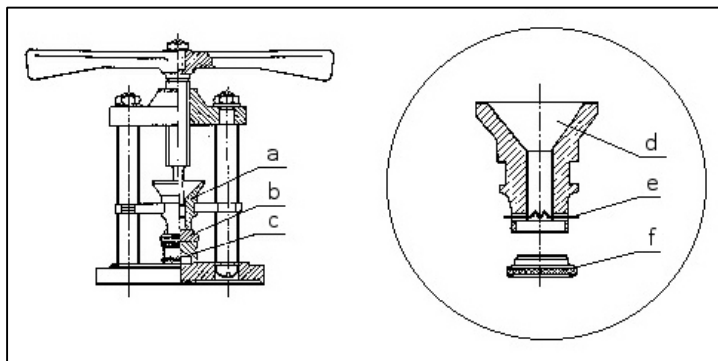
2. Kołki kontaktowe bomby połączyć z przewodem elektrycznym i sprawdzić szczelność bomby, wstawiając ją do naczynia kalorymetrycznego, napełnionego wcześniej wodą (destylowaną lub zdemineralizowaną).

Uwaga: Jeżeli po wstawieniu bomby do naczynia wydzielają się pęcherzyki gazu, świadczy to o nieszczelności bomby. W takim przypadku należy bezwzględnie wyjąć bombę z naczynia kalorymetrycznego, osuszyć ją czystą ściereczką i wypuścić tlen przez wkręcenie regulatora zaworu wylotowego. Następnie należy otworzyć bombę przez odkręcenie zakrętki samouszczelniającej. Usunąć nieszczelności, korzystając z opisu umieszczonego w dalszej części instrukcji, dotyczącej napraw i serwisu.

9 Wyposażenie uzupełniające

Wyposażenie uzupełniające (pomocnicze) kalorymetru.

- Praska, zwana również pastylkarką.



Uwaga: Konstrukcja może nieco się różnić od tej pokazanej powyżej, szczególnie, gdy użytkownik zakupi tzw. wersję wzmocnioną.

- Statyw.



Statyw służy do podtrzymania głowicy bomby kalorymetrycznej podczas manipulacji związanych z zawieszeniem tygielka z próbką i umocowaniem drucika zapłonowego do elektrod.

- Podstawka do bomby kalorymetrycznej, tzw. klucz.



Podstawka (klucz), po przytwierdzeniu do stałej powierzchni (np. stołu kalorymetru lub miejsca przygotowywania prób) służy do ustawiania, zakręcania i zwłaszcza do odkręcania bomby kalorymetrycznej po przeprowadzonej próbie spalania.

- zestaw do napełniania bomby kalorymetrycznej tlenem.

Zestaw ten składa się z reduktora oraz giętkiego węża, potocznie zwanego „kapilarą elastyczną”, wyposażonego w specjalne szybkozłącze. W starszych rozwiązaniach stosowano specjalnie ukształtowaną metalową rurkę łącznikową, zwaną potocznie „kapilarą sztywną” lub po prostu „kapilarą”.



Zarówno wąż giętki z szybkozłączem jak i rurka łącznikowa służą do połączenia reduktora z bombą kalorymetryczną w czasie napełniania bomby tlenem, przy czym zdecydowanie wygodniejszym w użytkowaniu jest to pierwsze rozwiązanie, obecnie stosowane w nowych kalorymetrach.

10 Uwagi dotyczące przechowywania oraz serwisowania

10.1 Magazynowanie i transport

Podczas transportu i magazynowania kalorymetr powinien znajdować się w pomieszczeniach o czystej atmosferze, wolnej od aktywnych związków chemicznych. Temperatura przechowywania powinna mieścić się w granicach 0÷35°C, a wilgotność względna nie powinna przekraczać 80%.

Kalorymetr opakowany przez producenta może być przewożony środkami komunikacji kołowej pod warunkiem, że nie będzie narażony na znaczne wstrząsy, występujące szczególnie podczas nieostrożnego ładowania i rozładowywania.

Wymagane jest, aby przed pierwszym uruchomieniem kalorymetru w nowym miejscu, wszystkie elementy urządzenia stopniowo (naturalnie) nagrzały się do temperatury pomieszczenia. Szczególnie jest to ważne, gdy transport lub przechowywanie kalorymetru odbywało się w temperaturach znacząco niższych od temperatury pomieszczenia, w którym kalorymetr będzie pracował. Ma to na celu zapobieżenie powstawaniu tzw. skroplin, czyli wytrącaniu się wilgoci z otoczenia pod wpływem nagłego skoku temperatury, które może spowodować uszkodzenie elementów elektronicznych sterownika oraz komputera.

W przypadkach budzących wątpliwość zalecana jest konsultacja z producentem urządzenia.

10.2 Naprawa i serwis bomby kalorymetrycznej i przewodów zapłonowych

Niedopuszczalne jest samodzielne wykonywanie przez użytkownika jakichkolwiek napraw elementów składowych bomby kalorymetrycznej, przewodów zapłonowych, a także ingerencja w ich konstrukcję. Takie działanie powoduje bezwzględną utratę gwarancji (jeśli jeszcze użytkownikowi przysługuje), a także, co ważniejsze, grozi wypadkiem z powodu stosowania wysokiego ciśnienia tlenu i realizowania elektrycznego zapłonu badanej substancji.

Jedynym elementem, który może być wymieniany przez użytkownika, są uszczelki bomby kalorymetrycznej, gdyż są to tzw. elementy eksploatacyjne podlegające zużyciu, którego intensywności nie można przewidzieć ze względu na mnogość występujących czynników podczas wykonywanych badań.

Nieszczelność bomby kalorymetrycznej usuwa się przez wymianę uszczelki gumowej głowicy lub uszczelki zaworów. Uszczelkę głowicy wymienia się odkręcając głowicę bomby od jej korpusu, a następnie zdejmując mosiężny pierścień dociskowy. Aby wymienić uszczelki zaworów, należy wykręcić, zależnie od potrzeby, albo osłonę zaworu wylotowego występującą od spodu głowicy, albo rurkę wlotową, trzymając głowicę w pozycji odwróconej. Po odsłonięciu zaworów wyjmuje się grzybek zaworowy. Trzymając grzybek za trzon odkręca się radełkowaną oprawkę. W oprawce znajduje się uszczelka z tworzywa sztucznego, którą należy w razie potrzeby wymienić i ponownie wkręcić oprawkę w trzon. Przy wkręcaniu należy zwrócić szczególną uwagę, żeby gwint trzonu nie wychodził na zewnątrz oprawki. Grzybek zaworu umieszcza się ponownie w zaworze i przykręca osłonę zaworu wylotowego lub rurkę wlotową.

Dla zachowania gwarancji i bezpieczeństwa eksploatacji bomby kalorymetrycznej zaleca się stosowanie wyłącznie uszczelek oryginalnych będących w stałej ofercie producenta.

Uwaga: *Całościowy przegląd bomby kalorymetrycznej wykonywany jest wyłącznie przez jej producenta i w jego siedzibie, gdyż nie jest możliwym wykonanie tak specjalistycznego serwisu bezpośrednio u użytkownika. Bombę kalorymetryczną, w celu wykonania przeglądu, należy wysłać bezpośrednio do producenta, a po wykonanej usłudze zostanie ona odesłana wraz z wystawionym dla niej nowym świadectwem sprawdzenia.*

Częstotliwość wykonywania przeglądów bomb kalorymetrycznych została opisana w rozdziale 1.2, a także na wystawionym dla niej świadectwie. W żadnym wypadku nie należy przekraczać rocznych odstępów pomiędzy przeglądami bomb, gdyż poza niebezpieczeństwem wypadku, może to podnieść koszt kolejnego serwisu!

Żadnych napraw i czynności serwisowych jakichkolwiek elementów kalorymetru, w tym bomby kalorymetrycznej, nie należy dokonywać we własnym zakresie. W przypadku jakichkolwiek wątpliwości należy niezwłocznie skontaktować się z producentem urządzenia.

10.3 Naprawa i serwis pozostałych elementów kalorymetru

Wszelkie naprawy i usługi serwisowe, w tym przeglądy techniczne kalorymetru powinny być wykonywane wyłącznie przez serwis producenta kalorymetru. Jest to bezwzględnie wymagane zwłaszcza w okresie gwarancji, aby nie nastąpiła jej utrata!

W części elektrycznej urządzenia dozwolona jest wyłącznie wymiana bezpiecznika. Podczas dokonywania tej czynności, urządzenie musi być bezwzględnie wyłączone z sieci elektrycznej.

Dla zapewnienia prawidłowego działania urządzenia, zaleca się wykonywanie przeglądów technicznych kalorymetru przynajmniej raz w roku. Jeśli udzielona gwarancja jest dłuższa niż 1 rok, to taki odpłatny przegląd jest bezwzględnie wymagany dla jej utrzymania. Wykonanie każdego przeglądu technicznego, a tym samym sprawność urządzenia, jest potwierdzana wystawieniem przez producenta nowego świadectwa.

11 Metodologia obliczeń

11.1 Wzór na ciepło spalania

Ogólna postać wzoru na ciepło spalania jest następująca:

$$Q_s = \frac{\Delta T}{m}$$

gdzie: Q_s - całkowite ciepło spalania badanej próbki w jej stanie rzeczywistym, niezależnie od tego, z jakiego składnika badanej próbki pochodzi [J/g]
 ΔT - zarejestrowany przyrost temperatury [°C]
 m - masa próbki badanej substancji [g]

Ciepło spalania obliczane przez kalorymetr wyrażone jest wzorem:

$$Q_{sa} = [C_K * (D_t - k_o) - c] / m$$

gdzie: Q_{sa} - ciepło spalania w stanie analitycznym [J/g]
 C_K - pojemność cieplna kalorymetru równoznaczna ze stałą kalorymetru K [J/°C]
 D_t - ogólny przyrost temperatury okresu głównego - [deg], czyli [°C]
 k_o - poprawka na wymianę ciepła kalorymetru z otoczeniem, czyli poprawka na związaną z tym zmianę temperatury [°C]
 c - suma poprawek na dodatkowe efekty cieplne [J]
 m - masa odważki paliwa stałego [g]

Uwaga: Jeśli jako jednostkę do obliczeń przyjęto kalorię [cal] zamiast Joule [J], wtedy pojemność cieplna kalorymetru C_K , czyli stała kalorymetru K wyrażona jest w [cal/°C] i wówczas wartości w tych obu jednostkach są od siebie całkowicie różne.

11.2 Wyznaczanie pojemności cieplnej kalorymetru (stałej kalorymetru)

Pojemność cieplną kalorymetru wyznacza się w sposób identyczny jak ciepło spalania próbki paliwa, z tym tylko, że w miejsce badanej próbki stosuje się substancję o ściśle określonym cieple spalania - tzw. paliwo wzorcowe. Najczęściej jest to kwas benzoesowy wzorcowy, specjalnie do tego celu przygotowany i posiadający świadectwo z podanym jego ciepłem spalania, oraz z określonym przez producenta poziomem ufności. W przypadku stosowania takiego kwasu lub ewentualnie innej substancji chemicznej,

próbka do spalania powinna być przygotowana najlepiej w postaci pastylki, choć nie jest to wymóg bezwzględny. Wszystkie ustalone w czasie oznaczania pojemności cieplnej (stałej kalorymetru) warunki pomiaru zobowiązują do dalszego ścisłego ich przestrzegania przy normalnej pracy, czyli podczas wykonywania normalnych badań ciepła spalania prowadzonych danym kalorymetrem.

Zaleca się, aby pojemność cieplną kalorymetru sprawdzać przynajmniej co 3 miesiące oraz w przypadku wymiany lub naprawy którejkolwiek części układu kalorymetrycznego, a także przy wystąpieniu większych wahań temperatury otoczenia w stosunku do ostatniego oznaczenia tej wartości stałej.

Obliczenia wykonujemy sami wg poniższych wzorów:

$$C_K = \frac{(Q_w * m_3) + c_1 + (V * 6,0)}{D_t - k_o}$$

- gdzie:
- $C_K = K$ - pojemność cieplna kalorymetru = stała kalorymetru [J/°C]
 - Q_w - znane ciepło spalania substancji wzorcowej [J/g]
 - m_3 - masa naważki substancji wzorcowej (paliwa wzorcowego) [g]
 - c_1 - poprawka na ciepło wydzielone podczas spalania drutu zapłonowego (oporowego) i ewent. nitki bawełnianej, w przypadku jej użycia [J]
 - V - objętość 0,1 N roztworu wodorotlenku potasowego użyta do miareczkowania [cm³]
 - 6,0 - współczynnik zastosowany do obliczeń [J/cm³]
 - D_t - ogólny przyrost temperatury okresu głównego [°C]
 - k_o - poprawka na wymianę ciepła pomiędzy kalorymetrem a otoczeniem, czyli poprawka na związaną z tym zmianę temperatury [°C]

Poprawkę c_1 oblicza się wg wzoru:

$$c_1 = (m_1 - m_2) * q_1 + (m_3 * q_3)$$

- gdzie:
- c_1 - poprawka na ciepło wydzielone podczas spalania drutu oporowego [J]
 - m_1 - masa drutu zapłonowego (oporowego) przed jego spaleniem [g]
 - m_2 - masa drutu zapłonowego (oporowego) pozostałego po jego spaleniu [g]
 - q_1 - ciepło spalania drutu oporowego [J/g]
 - m_3 - masa nitki bawełnianej (w przypadku jej użycia) [g]
 - q_3 - ciepło spalania nitki bawełnianej (w przypadku jej użycia) [J/g]

Ogólny przyrost temperatury okresu głównego D_t oblicza się wg wzoru:

$$D_t = t_n - t_0$$

- gdzie: D_t - ogólny przyrost temperatury okresu głównego [°C]
 t_n - ostatni odczyt temperatury głównego okresu pomiarowego, tzn. T_3 [°C]
 t_0 - ostatni odczyt temperatury początkowej okresu pomiarowego bezpośrednio przed włączeniem prądu, tzn. T_2 [°C]

Poprawkę k_0 oblicza się wg wzoru:

$$k_0 = 0,5 * (d_H + d_K) + (n - 1) * d_K$$

- gdzie: k_0 - poprawka na wymianę ciepła kalorymetru z otoczeniem [°C]
 d_H - średni przyrost temperatury na 1 minutę w okresie początkowym [°C/min.]
 d_K - średni przyrost temperatury na 1 minutę w okresie końcowym [°C/min.]
 n - czas trwania głównego okresu pomiarowego [min.]

Sumę poprawek na dodatkowe efekty cieplne c obliczyć wg wzoru:

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

- gdzie: c - suma poprawek na dodatkowe efekty cieplne [J]
 c_1 - poprawka na ciepło wydzielone podczas spalania drutu zapłonowego i ewentualnie nitki bawełnianej (w przypadku jej użycia) [J]
 c_2 - poprawka na ciepło wydzielone podczas spalania bibułki lub kolodium (w przypadku ich użycia) [J]
 c_3 - poprawka na ciepło powstające przy tworzeniu się kwasu azotowego [J]
 c_4 - poprawka na ciepło powstające przy tworzeniu się kwasu siarkowego [J]

Poprawkę c_1 oblicza się wg wzoru:

$$c_1 = m_{zd} * q_{zd}$$

- gdzie: c_1 - poprawka na ciepło wydzielone podczas spalania drutu zapłonowego [J]
 m_{zd} - masa spalonej części drutu zapłonowego [g]
 q_{zd} - ciepło spalania zdrutu zapłonowego [J/g]

Poprawkę c_2 oblicza się wg wzoru:

$$c_2 = m_4 * q_2$$

- gdzie: c_2 - poprawka na ciepło wydzielone podczas spalania bibułki lub kolodium (w przypadku ich użycia) [J]
 m_4 - masa bibułki lub woreczka kolodionowego [g]
 q_2 - ciepło spalania bibułki lub kolodium (określone doświadczalnie lub podane w tabelach lub przez np. ich producenta) [J/g]

Poprawkę c_3 oblicza się wg wzoru:

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

- gdzie: c_3 - poprawka na ciepło powstające przy tworzeniu się kwasu azotowego [J]
 V_2 - objętość użytego 0,1 N roztworu kwasu solnego [cm³]
6,0 - ciepło tworzenia 1 cm³ N kwasu azotowego [J/cm³]
20 - objętość użytego 0,1 N roztworu węgla sodowego [cm³]

Poprawkę c_4 oblicza się wg wzoru:

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

- gdzie: c_4 - poprawka na ciepło powstające przy tworzeniu się kwasu siarkowego [J]
 V_1 - objętość użytego 0,1 N roztworu wodorotlenku barowego [cm³]
 V_2 - objętość użytego 0,1 N roztworu kwasu solnego [cm³]
15,1 - ciepło tworzenia 1 cm³ 0,1 N kwasu siarkowego [J/cm³]

12 Pozostałe informacje i zalecenia

Należy zwrócić szczególną uwagę na wszystkie informacje zamieszczone na świadectwie wystawionym do bomby kalorymetrycznej przez producenta, oraz dotyczące wymogów bezpieczeństwa zawarte w niniejszej instrukcji.

Producent urządzenia zastrzega sobie prawo do wprowadzania ewentualnych zmian w konstrukcji i funkcjonowaniu kalorymetru, wynikających z jego modernizacji, unowocześniania oprogramowania itp., a nieujętych w niniejszej instrukcji.

Pierwsze świadectwo sprawdzenia kalorymetru wystawione przez producenta urządzenia, karta gwarancyjna, warunki gwarancji, specyfikacja produktu i deklaracja zgodności są integralną częścią niniejszej instrukcji.

Jedynym i wyłącznym właścicielem całości dóbr intelektualnych związanych z kalorymetrem jest firma Polus Sp. z o.o., a jedyną firmą umocowaną prawnie do realizacji produkcji i do prowadzenia serwisu technicznego kalorymetru oraz bomb kalorymetrycznych, a także do udzielania kompleksowej pomocy technicznej w każdej formie jest firma PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.

Kopiowanie całości lub fragmentów instrukcji w tym rysunków i fotografii, dodatkowych opracowań oraz oprogramowania bez zgody właściciela praw autorskich do kalorymetru jest zabronione. Naruszeniem praw autorskich jest również powielanie rozwiązań technicznych, wynikających z konstrukcji kalorymetru.

Oprócz niniejszej instrukcji producent kalorymetru zaleca użytkownikom zapoznanie się z dodatkowymi opracowaniami:

- **„Wytyczne do badań kalorymetrycznych”**
- **„Paliwa biomasowe stałe”** – uzupełnienie do instrukcji do kalorymetru, przeznaczone szczególnie dla użytkowników wykonujących próby spalania paliw biomasowych.

13 Specyfikacja produktu

Lp	Nazwa podzespołu	Ilość sztuk
1.	Biurko laboratoryjne	1
2.	Termostat	1
3.	Elektroniczny moduł sterujący + odpowiednio skonfigurowany, specjalizowany zestaw komputerowy (PC, monitor, klawiatura, drukarka, mysz) wraz z kpl. dokumentacją techniczną oraz z instrukcjami i in-nymi dokumentami.	1 (kpl.)
4.	Bomba kalorymetryczna	1
5.	Reduktor ciśnienia	1
6.	Wąż elastyczny z szybkozłączem (przeznaczony do napełniania bomby tlenem)	1
7.	Statyw (do bomby kalorymetrycznej)	1
8.	Klucz specjalny (przeznaczony zakręcania i odkręcania głowicy bomby kalorymetrycznej od jej korpusu)	1
9.	Pastylkarka (praska, przeznaczona do wykonywania pastylek badanych substancji)	1
10.	Termometr 0-50°C (szklany dostarczany standardowo lub na specjalne zamówienie elektroniczny o nieco innym, lecz zbliżonym zakresie)	1
11.	Tygielek kwarcowy	1
12.	Uszczelka głowicy	1
13.	Uszczelka zaworu wylotowego (spustowego)	1
14.	Uszczelka zaworu wlotowego (wlotowego)	1
15.	Wkładka topikowa 1A zwłoczna	1
16.	Drut zapłonowy (oporowy) – na szpulce	1

14 Dane kontaktowe producenta kalorymetru

Informacje, kontakt, sprawy serwisowe i pomoc techniczna dotycząca kalorymetru:

- strona internetowa **www.precyzja-bit.pl**
www.kalorymetry.pl
- e-mail **biuro@precyzja-bit.pl**
- telefon stacjonarny **+48 52 3259360**
- telefon mobilny (komórkowy) **+48 602 454146**
- faks **+48 52 3259362**

Adres do wysyłania pisemnych zamówień, zapytań, itp., a także do wysyłania bomb kalorymetrycznych w celu wykonania ich przeglądu technicznego:

PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.
ul. Grunwaldzka 207 budynek D
85-451 Bydgoszcz

WARUNKI GWARANCJI

1. **Gwarancja obowiązuje przez okres określony w KARCIE GWARANCYJNEJ, który jest liczony od daty sprzedaży chyba, że Sprzedający i Kupujący jednoznacznie określą inną datę rozpoczęcia biegu gwarancji, zaakceptowaną przez obie Strony w formie pisemnej.** W okresie tym producent przyrzędu zobowiązuje się dokonywać bezpłatnie napraw uszkodzonych lub wadliwie wykonanych części i elementów.
2. Gwarancja może zostać wydłużona o kolejny taki sam okres (lub jego wielokrotność) wówczas, gdy w terminie do 1 miesiąca od daty zakupu kalorymetru Nabywca dokona dopłaty ustalonej kwoty, co musi pomiędzy Producentem a Nabywcą zostać udokumentowane w formie pisemnej.
3. **Producent nie będzie wykonywał bezpłatnie naprawy** w następujących przypadkach tj., gdy:
 - a) uszkodzenie powstało z winy Nabywcy;
 - b) przyrząd jest użytkowany niezgodnie z instrukcją Producenta;
 - c) Nabywca samodzielnie dokonuje napraw lub zmian w konstrukcji urządzenia, oprogramowania itp.;
 - d) Nabywca samodzielnie dokonuje reinstalacji oprogramowania systemowego lub kalorymetru, nawet w sytuacji, gdy odbywa się to z dostarczonych przez Producenta oryginalnych nośników;
 - e) Nabywca samodzielnie, bez pisemnej zgody Producenta, instaluje na komputerze, będącym integralną częścią kalorymetru, dodatkowe oprogramowanie;
 - f) Nabywca samodzielnie, bez pisemnej zgody Producenta, dokonuje zmian w ustawieniach systemu BIOS komputera oraz systemu operacyjnego Windows, na inne niż dokonane przez Producenta, zmienia lub doinstalowuje sterowniki urządzeń peryferyjnych dostarczonych w komplecie z kalorymetrem, a także zmienia ich ustawienia, lub podłącza do komputera kalorymetru inne urządzenia, które nie zostały dostarczone wraz z kalorymetrem. Do komputera kalorymetru bez zgody Producenta mogą być podłączane tylko te urządzenia, które są do tego przeznaczone i zostały dostarczone w komplecie wraz z kalorymetrem lub zakupione u Producenta kalorymetru w terminie późniejszym;
 - g) wystąpią uszkodzenia, których przyczyną powstania są wykorzystane do prób tygłe metalowe, mogące przy nieprawidłowej obsłudze spowodować zwarcia w układzie zapłonowym;
 - h) wystąpią uszkodzenia mechaniczne, elektryczne lub elektroniczne, których przyczyną powstania są czynniki zewnętrzne, takie jak: uderzenia mechaniczne, zalanie dowolnym płynem elementów, które nie są normalnie eksploatowane w takim środowisku, uszkodzenie lub złe parametry instalacji elektrycznej, przegrzanie z powodu bliskości zewnętrznych źródeł ciepła, silne pola elektromagnetyczne, nagromadzenie ładunków elektrostatycznych, powstanie skroplin (nadmiernej wilgoci), nadmierne zapylenie pomieszczenia (osadzanie się pyłu na elementach wewnętrznych komputera i sterownika zakłócające ich pracę, szczególnie pyłu węglowego lub innego przewodzącego prąd), oraz zjawisk naturalnych (burze, silne wstrząsy, itp.).
4. **Ze względu na fakt, że bomba kalorymetryczna stanowiąca integralne wyposażenie kalorymetru jest sama w sobie elementem silnie eksploatowanym (ciśnienie, wysoka temperatura, wydzielające się agresywne związki chemiczne itp.) udziela się na nią 6-miesięcznej gwarancji.** Gwarancja, co do czasu jej trwania, może być identyczna z udzieloną na kalorymetr pod warunkiem wykonywania co 6 miesięcy jej przeglądów technicznych zakończonych wydaniem przez Producenta odpowiedniego świadectwa, stanowiącego m.in. gwarancję bezpieczeństwa jej dalszej eksploatacji. Przeglądy techniczne bomb kalorymetrycznych wraz z ich sprawdzeniem, ze względu na złożoność instrumentalną i bezpieczeństwo procesu, odbywają się wyłącznie w siedzibie Producenta i są odpłatne. Bomba kalorymetryczna podlegająca przeglądowi technicznemu musi być wysłana na koszt Nabywcy lub na koszt Producenta z doliczeniem tego kosztu do ceny samego przeglądu.

- 5. Gwarancją nie są objęte materiały i akcesoria eksploatacyjne, oraz elementy kalorymetru, w tym elementy bomby kalorymetrycznej, które mogą zostać zużyte w procesie normalnej i prawidłowej ich eksploatacji, przed upływem okresu gwarancji. Są to np.: uszczelnienia kalorymetru i bomby kalorymetrycznej, elektroda powodująca zapłon w bombie kalorymetrycznej i elementy z nią bezpośrednio współpracujące, drut oporowy, tygielki kwarcowe i metalowe, obsada tygla, itp.*
- 6. Wymiana w okresie gwarancji materiałów i akcesoriów eksploatacyjnych na inne niż zakupione u Producenta może spowodować utratę gwarancji, jeśli będzie to uznane przynajmniej za jeden z powodów wadliwego funkcjonowania lub uszkodzenia kalorymetru.*
- 7. Naprawa w okresie gwarancyjnym jest wykonywana bezpłatnie po nadesłaniu przyrzędu lub uszkodzonego elementu, wraz z kartą gwarancyjną, do producenta. Koszt transportu pokrywa Nabywca.*
- 8. W przypadku, gdy kalorymetr podlega naprawie w całości, wówczas Producent zobowiązuje się, jeśli to będzie technicznie możliwe, dokonać naprawy na miejscu u Nabywcy. Termin takiej naprawy zostanie uzgodniony pomiędzy Producentem a Nabywcą.*
- 9. Producent nie wydaje i nie upoważnia nikogo do wydawania w jego imieniu jakichkolwiek zobowiązań, w tym gwarancyjnych i serwisowych.*
- 10. Gwarancja jest ważna tylko wtedy, gdy przedstawiony zostanie jej oryginał wypełniony przez Producenta i Sprzedawcę wraz z kopią lub oryginałem (do wglądu), dokumentu zakupu kalorymetru. Karta gwarancyjna bez właściwych wpisów (daty sprzedaży, nazwa i typ urządzenia, numer fabryczny, pieczętka i podpis sprzedawcy), bądź z poprawkami naniesionymi przez osoby nieupoważnione jest nieważna.*
- 11. Jeśli urządzenie zostanie uruchomione po raz pierwszy w terminie przekraczającym 6 miesięcy od dnia jego sprzedaży wówczas, aby gwarancja była ważna należy wykonać odpłatny tzw. „zerowy” przegląd kalorymetru.*

KARTA GWARANCYJNA

wydana przez firmę:

PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.

85-022 Bydgoszcz

ul. Gdańska 99

na produkt o nazwie:

KALORYMETR

Symbol oznaczający typ techniczny kalorymetru:

Nr fabryczny urządzenia:

Nr fabryczny bomby kalorymetrycznej:

Niniejszą kartę gwarancyjną wystawiono dla:

.....
.....
.....

dnia:

Gwarancja obowiązuje przez okres miesięcy, liczony od daty sprzedaży i jest ważna wyłącznie wraz z jej warunkami. Brak dodatkowych uzgodnień. *

** Wykreślić wpis „Brak dodatkowych uzgodnień”, jeśli takie występują oraz wpisać poniżej ich treść.*

Pieczęć producenta

Znak KJ

Pieczęć i podpis sprzedawcy

ŚWIADECTWO SPRAWDZENIA KALORYMETRU

wystawione przez firmę:

PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.

85-022 Bydgoszcz

ul. Gdańska 99

Urządzenie o symbolu technicznym:

.....

Wystawiono dla kalorymetru o numerze fabrycznym:

dostarczonego wraz bombą kalorymetryczną o numerze:

Sprawdzenia dokonał:

(podpis i pieczęć osoby uprawnionej)

Bydgoszcz, dnia:

(pieczęć producenta)

DEKLARACJA ZGODNOŚCI

PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.

ul. Gdańska 99

85-022 Bydgoszcz

tel: +48 52 3259360, +48 602 454146

faks: +48 52 3259362

e-mail: biuro@precyzja-bit.pl

www.kalorymetry.pl

Adres prowadzonej działalności, w tym wysyłkowy adres serwisowy (np. bomb kalorymetrycznych do przeglądu):

PRECYZJA-BIT PPHU Sp. z o.o.

ul. Grunwaldzka 207, budynek D

85-451 Bydgoszcz

PRECYZJA-BIT, tj. producent urządzenia, deklaruje z pełną odpowiedzialnością, że wyrób o nazwie:

Kalorymetr - oznaczony symbolem

- o numerze fabrycznym

do którego odnosi się niniejsza deklaracja, jest zgodny z / spełnia warunki norm:

PN-73/T-06500/09	Elektroniczne przyrządy pomiarowe. Napisy i oznaczenia.
PN-81/G-04513	Oznaczenia ciepła spalania i obliczanie wartości opałowej. Paliwa stałe.
PN-86/C-04062	Przetwory naftowe. Oznaczenie ciepła spalania paliw ciekłych w bombie kalorymetrycznej i obliczanie wartości opałowej.
PN-71/C-0462	Oznaczenie ciepła spalania w bombie kalorymetrycznej i obliczanie wartości opałowej. Przetwory naftowe.
PN-93/Z15008/04	Badanie właściwości paliw i obliczanie wartości opałowej. Odpady komunalne stałe.
PN-ISO 1928	Paliwa stałe. Oznaczenie ciepła spalania metodą spalania w bombie kalorymetrycznej i obliczanie wartości opałowej.
PN-EN 14918:2010	Biopaliwa stałe. Oznaczenie wartości opałowej.
PN-C-04375-1 (z 2013 roku)	Badanie paliw stałych i ciekłych. Oznaczenie ciepła spalania w bombie kalorymetrycznej i obliczanie wartości opałowej. Część 1: Postanowienia ogóle, aparatura, metody.
PN-C-04375-2 (z 2013 roku)	Badanie paliw stałych i ciekłych. Oznaczenie ciepła spalania w bombie kalorymetrycznej i obliczanie wartości opałowej. Część 2: Metoda z zastosowaniem kalorymetru izoperibolicznego lub kalorymetru z płaszczem statycznym.

Bydgoszcz, dnia:

(pieczęć i podpis osoby upoważnionej)

Notatki i uwagi serwisu producenta