

XRY-1A

数显氧弹热量计

使用说明书



上海昌吉地质仪器有限公司

目 录

一、原理概述.....	2
二、仪器结构和技术要求.....	2
三、性能特点及使用方法.....	5
四、操作步骤及计算方法.....	5
五、仪器的使用和维护保养.....	8

一、原理概述

XRY-1A 型数显氧弹热量计（以下称氧弹热量计）是依据中华人民共和国国家标准 GB/T213《煤的发热量测定方法》、GB/T384《石油产品热值测定法》和中华人民共和国国家计量检定规程 JJG672《氧弹热量计》的要求设计，并按照上海市企业标准《Q/YXYY 10 XRY-1 型氧弹热量计》的要求制造的。

本仪器的热容量为 14000~15000J/℃，适用于以热量计氧弹法测定不含水的石油产品（汽油、喷气燃料、柴油和燃料油等）以及煤炭、焦炭、石蜡等可燃性物质的发热量的测定。

弹热值的测定是在氧弹中有过剩氧的情况下，按规定条件燃烧单位重量的试样所产生的热量，称为弹热值（以 J/g 或 kJ/kg 表示）。

热量计热容量的测定采用在氧弹中燃烧一定量的标准苯甲酸，测量由其燃烧所产生的热量而引起热量计系统温度变化的方法来确定热量计的热容量，即热量计系统温度升高 1℃ 所需的热量（J），在数值上等于热量计的热容量（J/℃）。

二、仪器结构和技术要求

仪器结构见图 1 所示。



图 1

1、自密封式氧弹（简称氧弹）

为了防止燃烧生成的酸对氧弹的腐蚀，全部结构采用不锈钢 1Cr18Ni9Ti 制成，氧弹的结构由三个部分组成；一个容积为 300 毫升的圆筒形弹体，一个盖子和一个联接盖和弹体的环，弹体内径为 58 毫米，深 103 毫米，壁厚为内径的 1/10，底和盖的厚度稍大，强度足够耐受固体燃烧时产生的最大压力（60-70 大气压），并能耐受液体燃料所产生的更大压力。

氧弹采用自动密封橡胶垫圈，当氧弹内充氧到一定压力时，橡胶垫圈因受压而与弹体和弹盖密接，造成两者间的气密性。且筒内外压力差越大，密封性能越好。中间气阀也因受压紧密闭合，氧气从中间气阀螺钉四周进入筒内，不会直接充压试样，点火时又可保护弹顶密封系统。本氧弹具备操作方便，结构合理可靠，使用寿命长等优点。

2、水套（外筒）

水套是双层容器，实验时充满水，通过水套搅拌器使筒内水温均匀，形成恒温环境，水筒放在水套中的一个具有三个支点的绝缘支架上。

水套备有上有小孔的胶木盖，便于插入测温探头，点火线等，盖下面衬有抛光金属板。

3、水筒（内筒）

水筒全部由不锈钢薄板制成，截面为梨行，以减少与外筒间的辐射作用。当氧弹放入水筒后，可加水淹没氧弹，而水面至内筒上边缘约有 250~500 毫升的空间，水筒的装水量一般为 3000 克（氧弹搁在弹头座架上），水筒内设有电动搅拌器。

4、搅拌器

搅拌器由同步电动机带动，搅拌速度为 500 转/分，转速平稳。通过搅拌器螺旋桨的运动，使试样燃烧放出的热量尽快在量热系统内均匀散布。电动机与搅拌器间用绝热固定板连接，以防止因电机产生的热而影响测量精度。

外筒搅拌器为手拉式搅拌器，上下拉动数次即能使外筒水温均匀，给内筒形成一个恒温的外部环境。

5、工业用玻璃棒温度计

温度计的刻度范围为 0~50℃，最小分度为 0.1℃，用来测量水套水温。

6、点火丝

点火时通入 24V 交流电，引燃点火丝。点火丝一般用直径 0.1 毫米左右的镍铬丝做成。当有电流通过时，镍铬丝被烧成赤热并在很短时间内熔断，引燃试样。

7、气体减压器

YQY-370 气体减压器或 SJT-10 型气体减压器用于瓶装氧气减压用。它能保持稳定和足够的流量送到氧弹中，进气最高工作压力为 15MPa，最低工作压力不低于工作压力的 2 倍。该减压器带有两个压力表，其中一个指示氧气瓶内的压力，可指示 0~25 MPa，另一个表指示被充氧气的氧弹的压力，可指示 0~6 MPa。两个表之间装有减压阀，压力表每年至少经国家机关检查一次，以保证指示读数正确和使用安全。各连接部分禁止使用润滑油，必要时只能使用甘油，涂抹量不应过多，若任一连接部分被油类污染，必须用汽油或酒精洗净并风干。

8、压饼机

它是一种螺旋杠杆式压饼机，能压制直径约 10mm 的煤饼或苯甲酸饼，压模及冲杆用硬质钢制成，表面光洁，容易擦拭。压制时，模子或底片由可移动的垫块支承，压好后，可将垫块移动一边取出模子或试样。该压饼机底板上设有用以固定在桌面上的螺钉孔，不用时，应在易生锈部位涂上防锈油脂。

9、控制器面板使用说明（见图 2 所示）

本仪器采用了微控制器为基础的高性能测温系统，测温精度高，稳定性好，测量精度为 0.001℃，且读数方便。本仪器可将样品测量全过程的测温数据存入存储器内，或一次测量完后反复多次读出，全盘取代了以前使用的贝克曼温度计。控制器面板上设置有电源、搅拌、数据、结束、点火、复位六个电子开关按键和七位数码管，能对样品热值测定进行全过程操作和温度显示。其中左边两位数字代表测温次数，右边五位代表测量的实际温度，本仪器测温范围为 10℃~35℃。



图 2

10、其它主要技术指标

- (1)、工作电源: AC 220V $\pm$ 10%, 50Hz。
- (2)、环境温度: 20℃ $\pm$ 5℃。
- (3)、相对湿度: $\leq$ 85 %。

三、性能特点及使用方法

1、性能特点

- (1)、全部操作可通过设置在面板上的电子开关完成。
- (2)、该控制器测温范围: 10℃ ~ 35℃。
- (3)、温度分辨率为: 0.001℃。
- (4)、存贮测温数据: 31 个。

2、使用方法

(1)、一开机后, 只要不按“点火”键, 仪器逐次自动显示温度数据 100 个, 测温次数从 00 $\rightarrow$ 99 递增, 每半分钟一次, 并伴有蜂鸣器的鸣响, 此时按动“结束”键或“复位”键能使显示测温次数复零。

(2)、按动“点火”键后, 氧弹内点火丝得到约 24V 交流电压, 从而烧断点火丝, 点燃坩埚中的样品, 同时, 测量次数复零。以后每隔半分钟测温一次并贮存测温数据共 31 个, 当测温次数达到 31 后, 测温次数就自动复零。

(3)、当样品燃烧, 内筒水开始升温, 平缓到顶后, 开始下降, 当有明显降温趋势后, 可按“结束”键, 然后按动“数据”键, 可使 00 次、01 次、02 次……一直到按“结束”键时的测温次数为止的测量温度数据重新逐一在五位数数码管上显示出来, 操作人员可以进行记录和计算, 或与实时笔录的温度数据(注: 电脑贮存的数据是蜂鸣器鸣响的那一秒的温度值)核对后计算 ΔT 和热值。当操作人员每按一次“数据”键, 被贮存的温度数据和测温次数自动逐个显示出来, 方便操作人员查看测温记录。

注: 在读取数据状态, “点火”键不起作用, 若需重新测量, 必须先按“结束”键, 使仪器回到测温状态。

- (4)、按“复位”键后, 可重新试验。
- (5)、关掉电源, 原贮存的温度数据也将自动被清除。

四、操作步骤及计算方法

1、测试前的准备

(1)、使用本仪器前应仔细阅读使用说明书。

(2)、仔细阅读中华人民共和国国家标准 GB/T213《煤的发热量测定方法》或 GB/T384《石油产品热值测定法》，仔细阅读中华人民共和国国家计量检定规程 JJG672《氧弹热量计》，了解并熟悉标准和规程所阐述的检定规程、试验方法、试验步骤和试验要求。

(3)、检查本仪器的工作状态，使其处于符合本说明书所规定的工作环境和条件下。

(4)、检查本仪器的外壳，必须处于良好的接地状态。

2、试剂和材料

(1) 苯甲酸：二级量热标准物质，应是国家计量行政部门批准并发布的量热标准物质，并具有标准物质证书。

(2) 点火丝：直径约 0.1mm 镍铬丝，长 80-100mm，再把等长的 10-15 根点火丝同时放在分析天平上称量，计算每根点火丝的平均重量。

(3) 氧气：不应有氢和其它可燃物，禁止使用电解氧气。

3、操作步骤

(1)、先将外筒装满水，试验前用外筒搅拌器（手拉式）将外筒水温搅拌均匀。

(2)、称取片剂苯甲酸 1 克（约 2 片），再称准至 0.0002 克放入坩埚中。

(3)、把盛有苯甲酸的坩埚固定在坩埚架上，将 1 根点火丝的两端固定在两个电极柱上，并让其与苯甲酸有良好的接触，然后，在氧弹中加入 10 毫升蒸馏水，拧紧氧弹盖，并用进气管缓慢地充入氧气直至弹内压力为 2.8-3.0MPa 大气压为止，氧弹不应漏气。

(4)、把上述氧弹放入内筒中的氧弹座架上，再向内筒中加入约 3000 克（称准至 0.5 克）蒸馏水（温度已调至比外筒低 0.2 ~ 0.5℃ 左右），水面应至氧弹进气阀螺帽高度的约 2/3 处，每次用水量应相同。

(5)、接上点火导线，并连好控制箱上的所有电路导线，盖上胶木盖，将测温传感器插入内筒，打开电源和搅拌开关，仪器开始显示内筒水温，每隔半分钟蜂鸣器报时一次。

(6)、当内筒水温均匀上升后，每次报时时，记下显示的温度。当记下第 10 次时，同时按“点火”键，测量次数自动复零。以后每隔半分钟贮存测温数据共 31 个，当测温次数达到 31 次后，按“结束”键表示试验结束（若温度达到最大值后记录的温度值不满 10 次，需人工记录几次）。

(7)、停止搅拌，拿出传感器，打开水筒盖（注意：先拿出传感器，再打开水

筒盖)，取出内筒和氧弹，用放气阀放掉氧弹内的氧气，打开氧弹，观察氧弹内部，若有试样燃烧完全，试验有效，取出未烧完的点火丝称重。

若有试样燃烧不完全，则此次试验作废。

(8)、用蒸馏水洗涤氧弹内部及坩埚并擦拭干净，洗液收集至烧杯中的体积约 150-200 毫升。

(9)、将盛有洗液的烧杯用表面器皿盖上，加热至沸腾 5 分钟，加 2 滴酚酞指示剂，用 0.1N 的氢氧化钠标准溶液滴定，记录消耗的氢氧化钠溶液的体积。

如发现在坩埚或氧弹内有积炭，则此次试验作废。

4、热容量 (J/℃) 计算公式

$$E = \frac{Q_1 M_1 + Q_2 M_2 + V Q_3}{\Delta T}$$

式中：E —— 热量计热容量，J/℃；

Q_1 —— 苯甲酸标准热值，J/g；

M_1 —— 苯甲酸重量，g；

Q_2 —— 引燃（点火）丝热值，J/g；

M_2 —— 引燃（点火）丝重量，g；

V —— 消耗的氢氧化钠溶液的体积，ml；

Q_3 —— 硝酸生成热滴定校正 (0.1mol 的硝酸生成热为 5.9J), J/ml；

ΔT —— 修正后的量热体系温升，℃；计算方法如下：

$$\Delta T = (t_n - t_o) + \Delta \theta$$

其中： t_o 和 t_n —— 主期初温和末温，℃；

$\Delta \theta$ —— 量热体系与环境的热交换修正值，℃；计算方法如下：

$$\Delta \theta = \frac{V_n - V_o}{\theta_n - \theta_o} \left(\frac{t_o + t_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} t_i - n \theta_n \right) + n V_n$$

式中： V_o 和 V_n —— 初期和末期的温度变化率，℃/30s；

θ_o 和 θ_n —— 初期和末期的平均温度，℃；

n —— 主期读取温度的次数；

t_i —— 主期按次序温度的读数。

5、试样热值 (J/g) 的计算公式

$$Q = \frac{E \cdot \Delta T - \sum Gd}{G}$$

式中: $\sum Gd$ —— 添加物产生的总热量, J;

G —— 试样重量, g;

其它符号同上式。

五、仪器使用和维护保养

1、使用中的注意事项

(1)、仪器工作时应放置在一个单独的、背阳的房间, 工作台平整, 理想环境温度 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。为了保证测量的准确性, 每次测定时室温的变化不大于 $\pm 1^{\circ}\text{C}$, 室内禁止使用各种热源, 不应有空气对流的现象。

(2)、量热标准物质应用二等或二等以上、经计量机关检定、标有热值的苯甲酸。

(3)、氧弹内使用纯度为 99.5% 的工业氧气, 禁止使用电解氧。

(4)、出厂时本仪器配有 Ni-Cr 点火丝。

(5)、保持仪器表面清洁干燥, 不可让水流入仪器, 引起电路板损坏。尤其是外筒不能加得过满以免搅拌时, 水溢出造成电路板损坏。

2、日常维护保养

(1)、氧弹应定期进行 20MPa 水压检查, 每年至少一次。

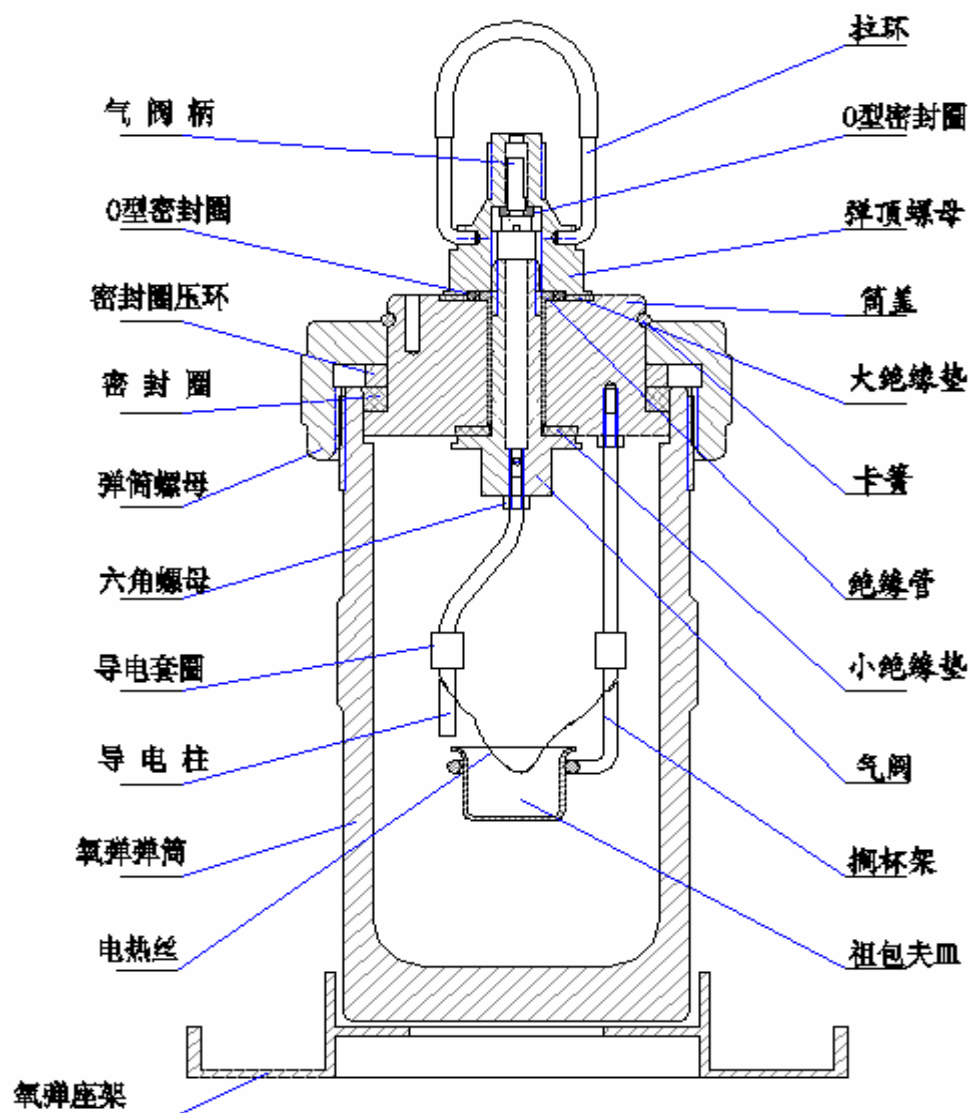
(2)、氧气减压器在使用前应将零件上油污擦洗干净, 以免在充氧时, 发生意外爆炸事故, 氧气减压器应定期进行耐压试验, 每年至少一次。

(3)、氧弹的密封每次使用前应仔细检查, 如密封垫圈损坏, 应即调换, 以防密封不良。

(4)、仪器使用完毕后应保持表面清洁干燥以防腐蚀, 长期不用时, 应将水倒掉并擦拭干净, 置于干燥处。

(5)、搅拌电机的转轴应每半年或一年加一次润滑油 (视使用的频繁程度而定)。

附：氧弹装配图



氧弹装配图