

Wydział Chemii UMCS
Zakład Technologii Chemicznej

Ćwiczenie nr 10

Aparatura i urządzenia do pomiaru i regulacji temperatury
oraz ciągłego dostarczania surowców
do reakcji chemicznych.

Lublin

1.2. Aparaty i urządzenia do pomiaru i regulacji temperatury oraz do ciągłego dostarczania surowców do reakcji chemicznych

1.2.1. Urządzenia i układy do pomiaru i regulacji temperatury oraz ogrzewania reaktorów chemicznych

Temperatura jest wielkością określającą stopień ogrzania jakiegoś ciała, zależną od średniej energii kinetycznej cząstek tego ciała. Im intensywniejszy jest ruch, tym wyższą temperaturę ma ciało. Oprócz tego, charakteryzuje ona kierunek wymiany ciepła od ciał bardziej ogrzanych do zimniejszych.

Temperatura należy do najważniejszych parametrów decydujących o przebiegu i kinetyce reakcji chemicznych. Zastosowanie określonej metody i przyrządu do pomiaru temperatury zależy przede wszystkim od rodzaju ośrodka i dostępności miejsca, którego temperaturę mierzymy, od zakresu temperatury, jej zmienności w czasie, żądanej dokładności, a także skali procesu (laboratoryjnej, półtechnicznej czy przemysłowej) oraz wymagań dotyczących odczytu i rejestracji wyników.

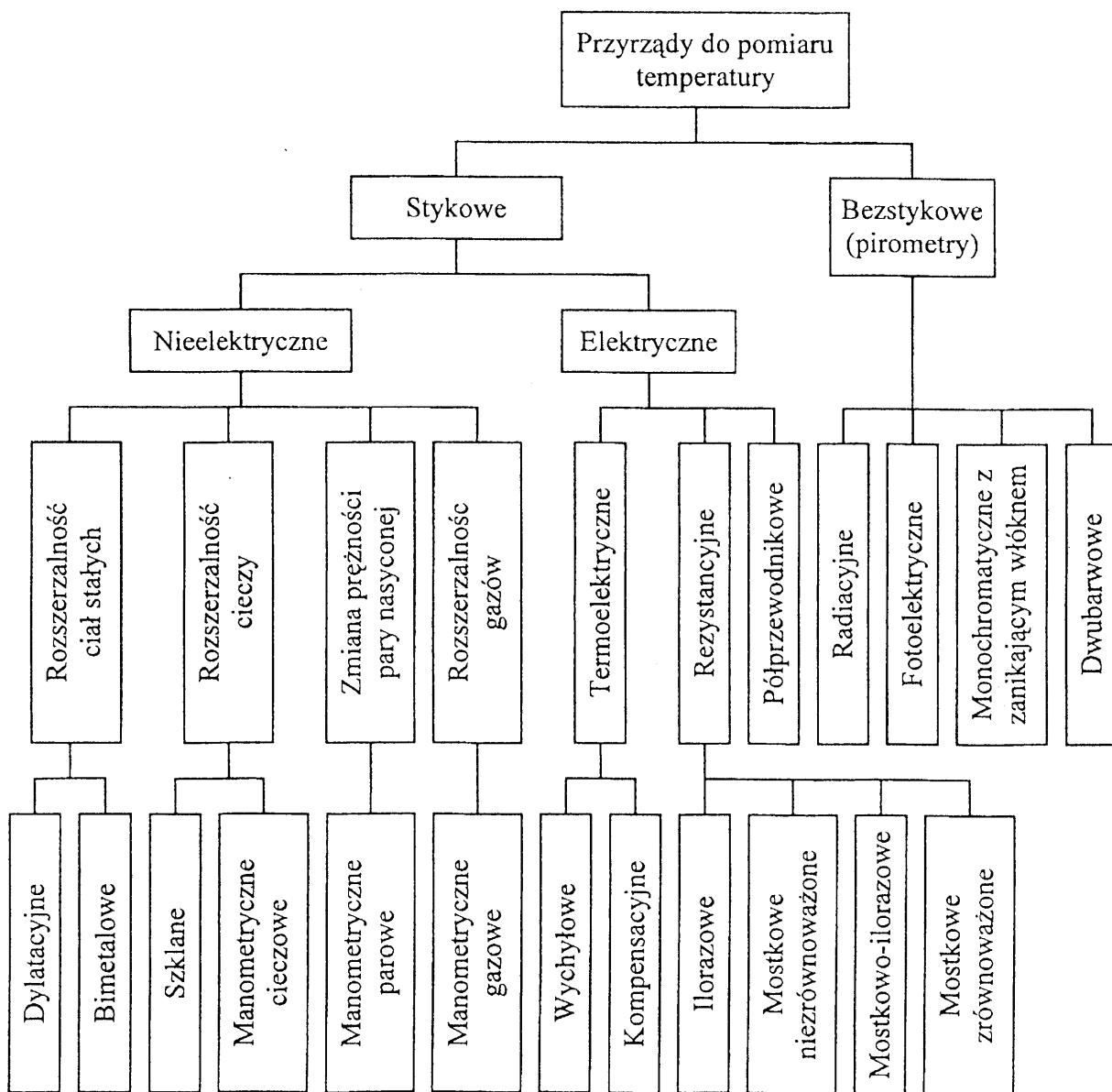
Pomiar temperatury polega na pomiarze innej, łatwej do zmierzenia wielkości fizycznej, zależnej w znany sposób od temperatury, na przykład zmiany rozszerzalności liniowej ciała stałego, zmiany objętości gazu lub cieczy przy stałym ciśnieniu, zmiany rezystancji lub siły elektromotorycznej. Najczęściej mierzy się bezpośrednio temperaturę odpowiedniego czujnika temperatury stykającego się z badanym ciałem. Rzadziej stosuje się wskaźniki temperatury, pozwalające stwierdzić osiągnięcie określonej temperatury.

W zależności od rodzaju wymiany ciepła między ciałem, którego temperaturę mierzymy, a czujnikiem metody pomiaru temperatury można podzielić na stykowe i bezstykowe (rysunek 1.2.1). Czujnik pomiarowy przyrządów stykowych (**termometr**) podczas dokonywania pomiaru znajduje się w bezpośrednim kontakcie z ciałem lub ośrodkiem, którego temperaturę się mierzy i wymienia z nim ciepło, głównie na drodze przewodnictwa i konwekcji. W bezstykowych przyrządach do pomiaru temperatury (**pirometry**) temperaturę ciała lub ośrodka określa się na podstawie wysłanego przez to ciało lub ośrodek promieniowania cieplnego.

Termometry nieelektryczne

Z termometrów nieelektrycznych najszerzej rozpowszechnione są – zwłaszcza w badaniach laboratoryjnych – szklane **termometry cieczowe** (rysunek 1.2.2). Do ich zalet należy zaliczyć dość dużą dokładność, wadami są: łatwość uszkodzenia, duże wymiary czujnika (zbiorniczka cieczy termometrycznej), brak możliwości przeniesienia odczytu i rejestracji wskazań. Ponadto ze względu na ograniczoną długość kapilar dużej czułości danego termometru odpowiada mały zakres pomiarowy i odwrotnie: dużemu zakresowi odpowiada mała czułość.

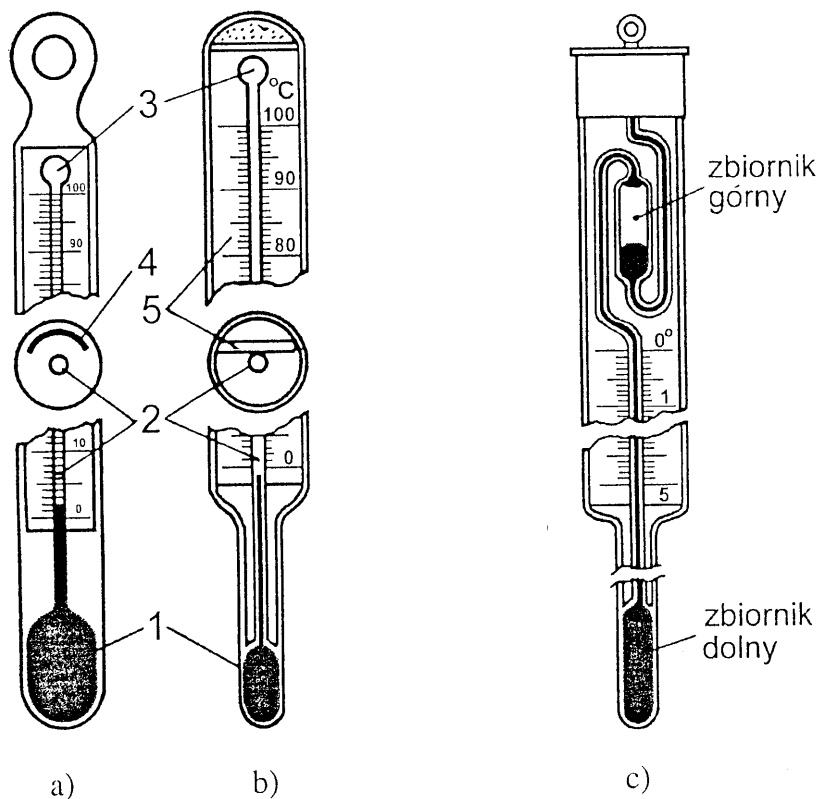
Zakres stosowalności termometrów cieczowych zależy od rodzaju szkła, cieczy i ciśnienia gazu obojętnego w kapilarze nad cieczą termometryczną. W zależności od zakresu pomiarowego jako cieczy termometryczne stosuje się najczęściej rtęć, stopy talu, stopy talu z rtęcią, toluen, alkohol etylowy, pentan. Zakres stosowalności termometrów cieczowych



Rysunek 1.2.1. Klasyfikacja przyrządów do pomiaru temperatury

szklanych z rtęcią wynosi przeważnie od -38°C do 630°C , a w wykonaniu specjalnym od -58°C do 1000°C . Zastosowanie termometrycznych cieczy organicznych pozwala na pomiar temperatur do -200°C . Czulość zwykłych termometrów szklanych wynosi od 0,1 do $0,2^{\circ}\text{C}$, a w wykonaniu specjalnym nawet do $0,001^{\circ}\text{C}$ (**termometr Beckmanna**). Ten ostatni termometr służy jednak do pomiaru różnic temperatur, a nie do określenia bezwzględnej jej wartości. Skala termometru obejmuje zakres zaledwie od 1 do 6 stopni, lecz może być przystosowana do mierzenia temperatury w zakresie od -10 do $+130^{\circ}\text{C}$. Termometr Beckmanna oprócz typowego dolnego zbiorniczka z rtęcią posiada drugi zapasowy, znajdujący się w górnej jego części. Przystosowanie termometru do mierzenia zmian temperatury we właściwym zakresie jej bezwzględnych wartości, nazywane „nastawianiem termometru Beckmanna”, polega na przeniesieniu odpowiedniej ilości rtęci z dolnego zbiorniczka do górnego lub odwrotnie – w zależności od mierzonego zakresu temperatur.

Termometr kontaktowy (rysunek 1.2.3). Zastosowanie przewodzącej prąd rtęci umożliwiło rozwiązanie zagadnienia wysyłania przez termometr cieczowy sygnału elektrycznego w przypadku zastosowania go do sterowania układem automatycznej regulacji temperatury.



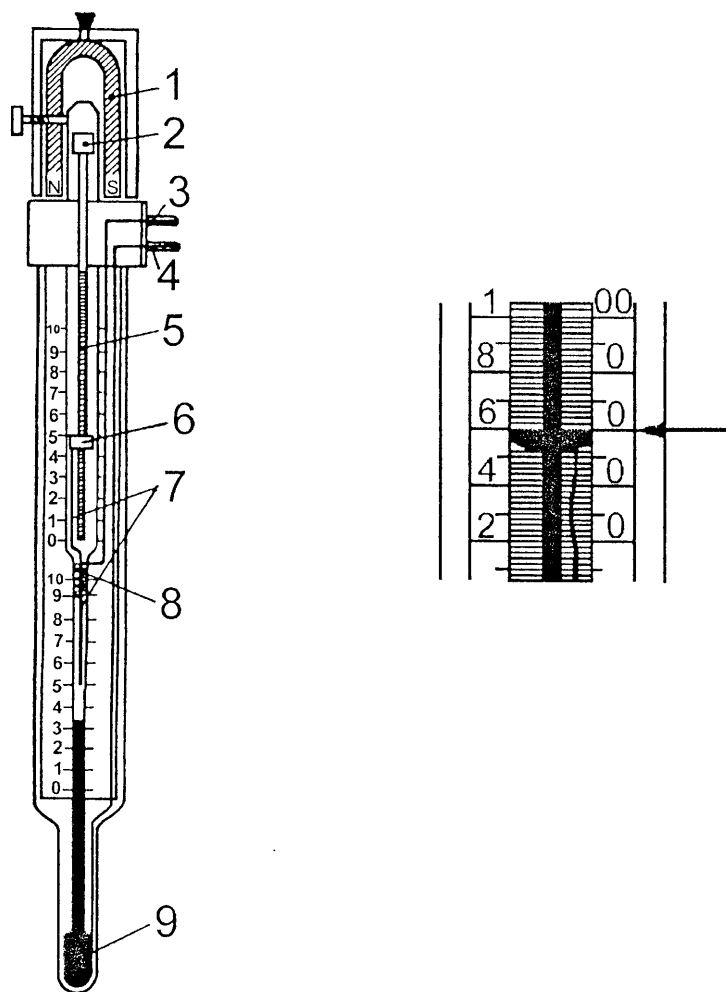
Rysunek 1.2.2. Termometry cieczowe: a) paleczkowy, b) rurkowy, c) Beckmanna (1 – zbiornik z rtęcią, 2 – kapilara, 3 – rozszerzenie kapilary, 4 – warstwa białej emalii, 5 – skala termometru)

Termometr kontaktowy może spełniać funkcję czujnika i regulatora w układach dwupołożeniowej regulacji temperatury.

W górnej części termometru widoczne są dwa bolce wtyczkowe (3) i (4). Jeden z nich połączony jest przewodem metalowym z rtęcią znajdującą się w zbiorniku (9), a drugi z drutem wolframowym (7) poprzez sprężynkę (8). Drut wolframowy przymocowany jest w sposób trwały do nakrętki (6), która nie może obracać się wokół własnej osi, ale może przesuwać się w dół i w górę za pomocą ruchomej śruby (5) zakończonej u góry żelazną kotwiczką (2). Śruba może poruszać się wokół własnej osi dzięki obrotom magnesu (1) nasadzonego na głowicę termometru. Obracając magnes, powodujemy obrót kotwiczki, a zarazem i śruby (5), która przesuwa nakrętkę (6) i wraz z nią przymocowany do niej drut wolframowy. Położenie dolnego końca drutu wolframowego określa temperaturę, przy której zostają zwarte zaciski (3) i (4). Ze względu na małą średnicę kapilary i drutu wolframowego, położenie dolnego końca tego drutu jest trudne do dostrzeżenia, w związku z czym nastawienie termometru przeprowadzamy w ten sposób, aby górna krawędź nakrętki (6) pokrywała się z żądaną temperaturą. Cały zespół termometru jest hermetycznie zamknięty. Termometr kontaktowy należy do grupy termometrów z nastawnymi stykami i posiada praktyczne zastosowanie w urządzeniach przeznaczonych do utrzymywania stałej temperatury, na przykład w termostatach, suszarkach, cieplarkach, łaźniach laboratoryjnych.

W czasie posługiwania się termometrem kontaktowym należy stosować się do następujących zaleceń:

- należy unikać użytkowania w górnych granicach skali; w wyniku przegrzania nastąpi przejście rtęci do górnej części kapilary, w której wytworzy się amalgamat zanieczyszczający styki i termometr przestanie działać,
- termometru kontaktowego nie wolno obciążać zbyt dużym prądem; w razie potrzeby należy zastosować odpowiedni przekładnik elektryczny.



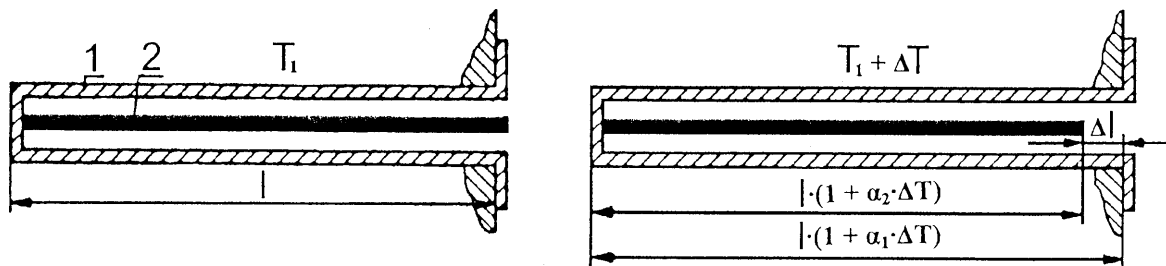
Rysunek 1.2.3. Termometr kontaktowy (1 – magnes, 2 – kotwiczka, 3 i 4 – bolce wtyczkowe do regulatora, 5 – ruchoma śruba, 6 – nakrętka, 7 – drut wolframowy, 8 – sprężynka, 9 – zbiornik z rtęcią)

Termometr dylatacyjny (rysunek 1.2.4) wykorzystuje różnicę cieplnej rozszerzalności liniowej dwóch różnych materiałów. Różnica ta wyraża się wzorem:

$$\Delta l = l \cdot (1 + \alpha_1 \cdot \Delta T) - l \cdot (1 + \alpha_2 \cdot \Delta T) = l \cdot (\alpha_1 - \alpha_2) \cdot \Delta T \quad (1.2.1)$$

gdzie: l – długość czujnika,
 α_1, α_2 – cieplne współczynniki rozszerzalności liniowej zastosowanych materiałów,
 ΔT – zmiana temperatury.

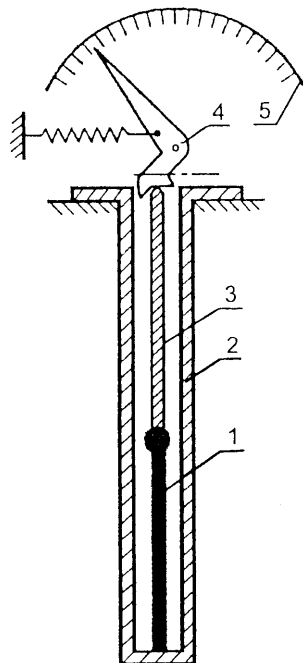
Czujniki termometrów dylatacyjnych są wykonane najczęściej jako rurka z materiału o dużym współczynniku rozszerzalności liniowej α_1 , zwanego materiałem czynnym, z umieszczonym w niej poosiowo prętem wykonanym z materiału o małym współczynniku α_2 , zwanego materiałem biernym.



Rysunek 1.2.4. Zasada działania termometru dylatacyjnego: a) stan w temperaturze T_1 , b) stan w temperaturze $T_1 + \Delta T$, (1 – materiał czynny, 2 – materiał bierny)

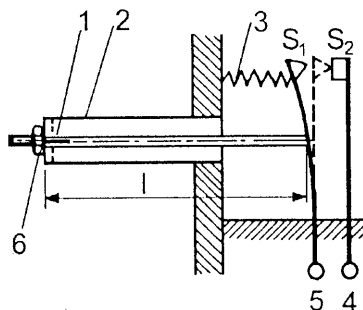
Pary materiałów stosowanych w konstrukcji termometrów dylatacyjnych powinny charakteryzować się możliwie dużą różnicą cieplnych współczynników rozszerzalności liniowej, możliwie wysoką dopuszczalną temperaturą pracy oraz dużą odpornością na korozję i utlenianie.

Ze względu na to, że różnice współczynników cieplnej rozszerzalności liniowej są stosunkowo małe, wskazówki termometrów dylatacyjnych są sprzęgnięte z czujnikiem przez przekładnię mechaniczną zwiększającą ich wychylenie (rysunek 1.2.5). Maksymalny zakres mierzonych temperatur dochodzi do 1000°C .



Rysunek 1.2.5. Przekrój termometru dylatacyjnego (1 – pręt z materiału biernego, 2 – rurka z materiału czynnego, 3 – przedłużenie pręta (1) materiałem, z którego wykonano rurkę (2), 4 – wskazówka z przekładnią mechaniczną, 5 – podziałka wzorcowana w jednostkach temperatury)

Termometr metaliczny stosowany jest często jako regulator temperatury w suszarkach – jego działanie oparte jest na zasadzie rozszerzalności cieplnej metali (rysunek 1.2.6).



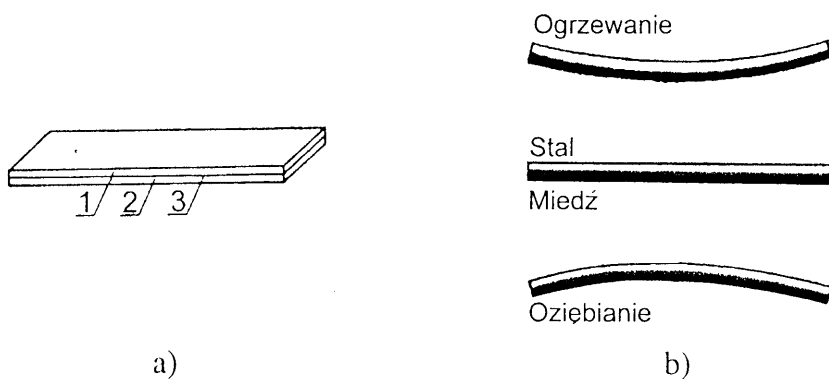
Rysunek 1.2.6. Schemat termometru metalicznego. (1 – pręt o małej rozszerzalności, 2 – rurka o dużej rozszerzalności, 3 – sprężyna, 4 i 5 – zaciski do obwodu przekaźnika, 6 – nakrętka do regulacji temperatury)

Regulator składa się z prostego pręta (1) z materiału o małym temperaturowym współczynniku rozszerzalności. Pręt ten jest zamocowany w zamkniętej z jednej strony rurce (2) wykonanej z materiału o bardzo dużym temperaturowym współczynniku rozszerzalności (na przykład nikiel, mosiądz). Zmiany długości rurki powodują zwieranie lub rozwieranie styków S_1 i S_2 , z których jeden jest odciągany sprężyną (3) (stan wyjściowy

termometru metalicznego zaznaczono linią przerywaną). Ponieważ jakość styków znacznie się pogarsza przy obciążeniu prądowym powyżej 1 A, zaciski termometru metalicznego (4) i (5) włącza się w obwód odpowiedniego przekaźnika, który steruje obwodem grzejnym. Nastawianie termometru metalicznego przeprowadza się przy pomocy nakrętki (6), zmieniając czynną długość pręta (1) o małym temperaturowym współczynniku rozszerzalności.

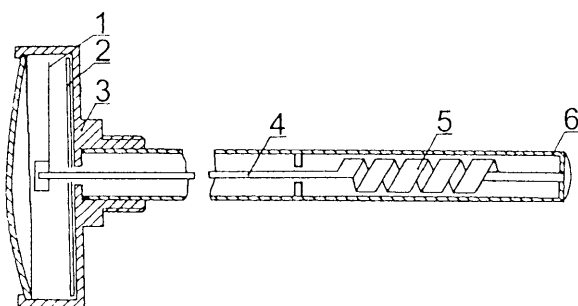
Termometr metaliczny jest wytrzymały i tani. Można nim sterować temperatury do 1000°C z dokładnością do 2–3°C. Jego wadę stanowi zależność wskazań od różnicy temperatur między układem i otoczeniem, ponieważ on sam silnie odprowadza ciepło.

Termometr bimetalowy różni się od prętowego budową. Zamiast rurki i pręta posiada taśmę wykonaną z dwóch pasków różnych metali złączonych ze sobą na całej długości (rysunek 1.2.7). Materiał na taśmę, tak zwany **bimetal**, jest dobierany tak, aby różnica współczynników rozszerzalności liniowej α była jak największa (zwykle łączy się stal z miedzią



Rysunek 1.2.7. Termometr bimetalowy: a) taśma bimetalowa (1 – metal czynny, 2 – metal bierny, 3 – powierzchnia łączenia), b) wygięcie bimetalu

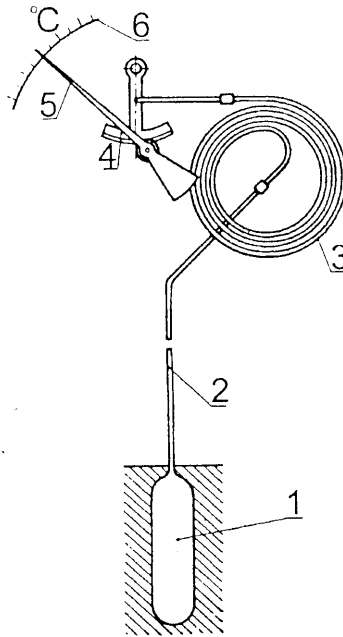
lub stal z mosiądem). Podobnie jak w termometrach dylatacyjnych metal o dużym współczynniku α nazywany jest metalem czynnym, a metal o małym współczynniku α – metalem biernym. W temperaturze spoczynkowej, wynoszącej najczęściej 20°C, taśma bimetalowa jest płaska. Taśma ze względu na swoją długość, zazwyczaj znaczną, może być zwinięta spiralnie i zamocowana jednym końcem do podstawy przyrządu, a drugi koniec za pomocą układu dźwigni połączony jest ze wskazówką. Zmiana temperatury wywołuje wygięcie bimetalu (rysunek 1.2.7b). W konstrukcji termometrów bimetalowych najczęściej wykorzystuje się bimetalowe spirale walcowe, umieszczone w rurce osłonowej czujnika (rysunek 1.2.8).



Rysunek 1.2.8. Przekrój termometru bimetalowego (1 – wskazówka termometru, 2 – podziałka, 3 – głowica, 4 – pręt, 5 – bimetal, 6 – rurka osłonowa)

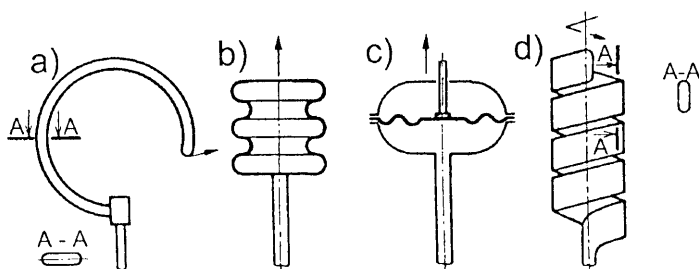
Termometry manometryczne są przyrządami ciśnieniowymi i działają na zasadzie zależności zmian ciśnienia czynnika termometrycznego, zawartego w układzie o stałej obję-

tości, od temperatury. Termometry manometryczne w zależności od rodzaju czynnika termometrycznego wypełniającego układ można podzielić na trzy grupy: gazowe, cieczowe i parowe, napelnione częściowo cieczą będącą w równowadze ze swoją parą nasyconą.



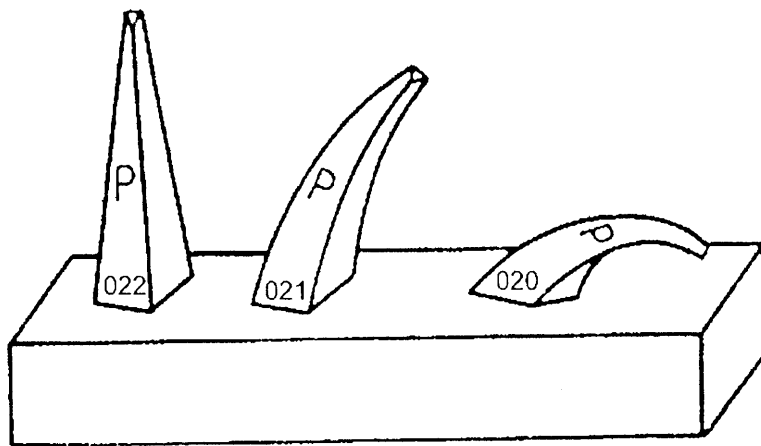
Rysunek 1.2.9. Termometr manometryczny cieczowy (1 – czujnik, 2 – kapilara, 3 – element sprężysty, 4 – dźwignia, 5 – wskazówka, 6 – skala termometru)

Cieczowy termometr manometryczny, przedstawiony na rysunku 1.2.9, składa się z następujących części podstawowych: czujnika (1) w postaci metalowego zbiornika zawierającego ciecz termometryczną, kapilary (2), elementu sprężystego zmieniającego swoją objętość i odkształcającego się pod wpływem zmian objętości cieczy termometrycznej (3), dźwigni (4), wskazówki (5) oraz podziałki (6). Poza płaską rurką spiralną (3), pokazaną na rysunku 1.2.9, jako elementy sprężyste stosuje się również rurki Bourdona, mieszki sprężyste, membrany i rurki płaskie zwinięte walcowo (rysunek 1.2.10).



Rysunek 1.2.10. Elementy sprężyste termometrów manometrycznych: a) rurka Bourdona, b) mieszek, c) membrana, d) płaska rurka zwinięta walcowo. Strzałki pokazują kierunek odkształcenia elementu przy wzroście temperatury

Wskaźniki temperatury umożliwiają tylko stwierdzenie, czy osiągnięto lub przekroczono określoną wartość temperatury, nie pozwalają natomiast na dokładny pomiar temperatury. Do najczęściej stosowanych wskaźników temperatury należą **stożki pirometryczne**, zwane **stożkami Segera** (rysunek 1.2.11). Zasada pomiaru – wygięcie stożka w określonej temperaturze.



Rysunek 1.2.11. Stożki pirometryczne (stożki wskazują temperaturę 650°C – porównaj z tabelą 1.2.1)

Stożki są numerowane zależnie od ich temperatury zgięcia. Polska norma PN-52/H-04175, przewiduje 59 kolejno numerowanych stożków do określenia temperatury w zakresie 600–2000°C, stopniowanych co 15 do 40°C, podając dla każdego numeru temperaturę zgięcia stożka (tabela 1.2.1).

Tabela 1.2.1. Temperatury mięknięcia stożków Segera

| Numer stożka | °C | Numer stożka | °C | Numer stożka | °C | Numer stożka | °C | Numer stożka | °C |
|--------------|-----|--------------|------|--------------|------|--------------|------|--------------|------|
| 022 | 600 | 010a | 900 | 3a | 1140 | 15 | 1435 | 32 | 1710 |
| 021 | 650 | 09a | 920 | 4a | 1160 | 16 | 1460 | 33 | 1730 |
| 020 | 670 | 08a | 940 | 5a | 1180 | 17 | 1480 | 34 | 1750 |
| 019 | 690 | 07a | 960 | 6a | 1200 | 18 | 1500 | 35 | 1770 |
| 018 | 710 | 06a | 980 | 7 | 1230 | 19 | 1520 | 36 | 1790 |
| 017 | 730 | 05a | 1000 | 8 | 1250 | 20 | 1530 | 37 | 1825 |
| 016 | 750 | 04a | 1020 | 9 | 1280 | 26 | 1580 | 38 | 1850 |
| 015a | 790 | 03a | 1040 | 10 | 1300 | 27 | 1610 | 39 | 1880 |
| 014a | 815 | 02a | 1060 | 11 | 1320 | 28 | 1630 | 40 | 1920 |
| 013a | 835 | 01a | 1080 | 12 | 1350 | 29 | 1650 | 41 | 1960 |
| 012a | 855 | 1a | 1100 | 13 | 1380 | 30 | 1670 | 42 | 2000 |
| 011a | 880 | 2a | 1120 | 14 | 1410 | 31 | 1690 | | |

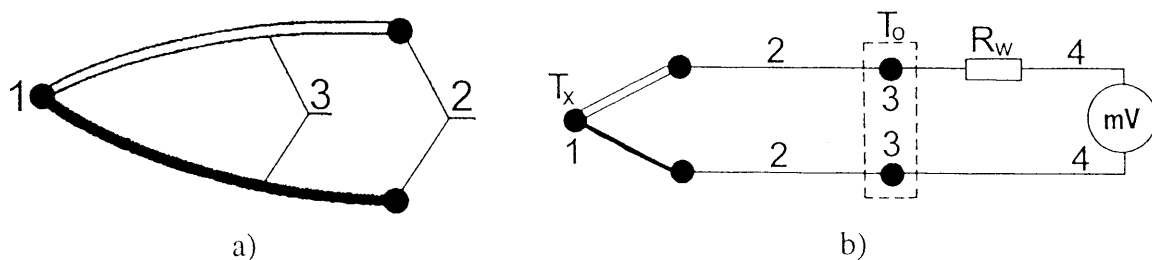
Termometry elektryczne

Termometry elektryczne mają czujniki:

- termoelektryczne, których napięcie termoelektryczne zmienia się wraz z różnicą temperatury spiny mierzanej i spiny odniesienia,
- rezystancyjne, których rezystancja zmienia się wraz z temperaturą; czujniki rezystancyjne mogą być metalowe lub półprzewodnikowe.

Termometry termoelektryczne (termoelementy)

Termometry termoelektryczne są miernikami temperatury zaopatrzonymi w generacyjne czujniki termoelektryczne zwane **termoelementami**, **termoparami** albo **termoogniwami** (rysunek 1.2.12).



Rysunek 1.2.12. Termometr termoelektryczny: a) termoelement (1 – spoina pomiarowa, 2 – „zimne” wolne końce, 3 – termoelektrody), b) termometr (1 – spoina pomiarowa, 2 – przewody kompensacyjne, 3 – wolne końce, 4 – przewody łączeniowe, T_x – temperatura spoiny pomiarowej, T_o – temperatura odniesienia, R_w – opornik wyrównawczy, mV – galwanometr).

Pomiar temperatury za pomocą **termoelementu** oparty jest na zjawisku powstawania napięcia elektrycznego w obwodzie zamkniętym wykonanym z drutów z dwóch różnych metali (lub półprzewodników), których końce mają niejednakowe temperatury: spoinę mierzącą – jest to „gorący” koniec i „zimny” wolny koniec znajdujący się w temperaturze odniesienia.

Jeżeli spoina pomiarowa posiada inną temperaturę niż wolne końce, to w termoelemencie powstanie siła elektromotoryczna (SEM) tym większa, im większa jest różnica temperatur gorącego i zimnego końca termopary. W przypadku gdy temperatura wolnych końców T_o jest stała i znana, wtedy wartość SEM jest miarą temperatury T_x spoiny pomiarowej. Dzieje się tak dlatego, że na styku dwu różnych metali pojawia się różnica potencjałów spowodowana szybszym przechodzeniem elektronów z ciała o mniejszej pracy wyjścia (ładuje się dodatnio) do ciała o większej pracy wyjścia (ładuje się ujemnie). Elektrony przechodzą aż do momentu powstania różnicy potencjałów o takiej wartości, że dalsze ich przechodzenie jest już niemożliwe, bo ustaliła się równowaga dynamiczna.

Rzadko kiedy można umieścić układ pomiarowy w bezpośrednim sąsiedztwie czujnika. Zachodzi więc potrzeba przedłużenia ramion termoelementu i w tym celu stosuje się tak zwane przewody kompensacyjne, wykonane ze znacznie tańszych stopów, których siły termoelektryczne względem materiałów termoelementu są znikomo małe.

Do zalet termometrów termoelektrycznych należą: możliwość wykonywania termoelementów w warunkach laboratoryjnych, możliwość punktowego pomiaru temperatury miniaturowym termoelementem, możliwość przeniesienia wskazań na odległość i łatwość rejestracji wskazań. Wadami termometrów termoelektrycznych są stosunkowo małe napięcia termoelektryczne, co wymaga stosowania odpowiednio czułych przyrządów pomiarowych. Przy małych różnicach temperatury na końcach gorącym i zimnym wymagane jest wprowadzenie wzmacniaczy napięcia. Konieczny jest także pomiar temperatury odniesienia i przeważnie jej stabilizacja. Zakres pomiarowy zależy od typu termoelementu oraz rodzaju jego osłony lub płaszczka. Termoelementy stosowane są do pomiaru temperatury w zakresie od -250°C do 2000°C .

Termoelement można wykonać samodzielnie, łącząc ze sobą w łuku elektrycznym dwa możliwie cienkie druty (najlepiej o średnicach mniejszych od 0,2 mm) wykonane z różnych metali lub stopów. Powyższy sposób łączenia pozwala na otrzymanie małego i nieutlenio-

nego złącza w postaci zakrzepłej kulki. Wolne końce łączymy następnie z miliwoltomierzem o dostatecznie dużym oporze wewnętrznym i uzyskujemy zestaw do mierzenia siły termoelektrycznej, której wielkość jest jednoznacznie przyporządkowana różnicy temperatur.

$$E = k \cdot (T_x - T_o) \quad (1.2.2)$$

gdzie: k – współczynnik proporcjonalności.

Należy jeszcze wycechować woltomierz w stopniach temperatury i termometr taki można już stosować do pomiarów, umieszczając spoinę w kontakcie z badanym obiektem, a wolne końce w temperaturze 0 lub 20°C.

Termoelementy przemysłowe wykonywane są z drutów o średnicach od 0,5 do 5 mm. Specjalistyczne termopary wykonuje się także z cienkich folii (do pomiaru temperatury powierzchni ciał) lub przez napylanie na powierzchnie.

W tabeli 1.2.2 zestawiono najczęściej stosowane typy termoelementów, ich średnią czułość oraz typowy zakres pomiarowy. Dopuszczalna temperatura pracy zależy również od średnicy drutów termoelektrod. Wartości podane w nawiasach można osiągnąć tylko w krótkotrwałych pomiarach.

Tabela 1.2.2. Charakterystyka stosowanych termoelementów

| Materiały, z których wykonane są termoelementy | Typ | Średnia czułość ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$) | Temperatura pracy ($^\circ\text{C}$) |
|--|------|--|--|
| Chromel-alumel | K | 41 | -200 do 1100 (1350) |
| Żelazo-konstantan | J | 55 | -40 do 750 (1000) |
| Chromel-konstantan | E | 68 | -200 do 900 |
| Nicrosil-nisil | N | 37 | -40 do 1100 (1300) |
| Miedź-konstantan | T | 51 | -200 do 300 (400) |
| (Pt, 10% Rh)-Pt | S | 12 | 0 do 1600 |
| (Pt, 13% Rh)-Pt | R | 14 | 0 do 1600 |
| (Pt, 30% Rh)-(Pt, 6% Rh) | B | 10 | 0 do 1700 |
| (W, 5% Re)-(W, 26% Re) | C, W | 15 | 0 do 2300 (2600) |

Najczęściej stosowanym termoelementem do pomiaru temperatury w zakresie od -200 do 1100°C jest **termoelement typu K**. Oznaczenie to dotyczy zarówno termopar chromel-alumel (chromel: 89% Ni, 9,8% Cr, 1% Fe, 0,2% Mn; alumel: 94% Ni, 2% Al, 2,5% Mn, 1% Si), jak i termopar nikielchrom–nikielaluminium (NiCr: 85% Ni, 12% Cr; NiAl: 95% Ni, 2% Al, 2% Mn, 1% Si) mających niemal identyczne, prawie liniowe charakterystyki termometryczne. Ze względu na małe przewodnictwo cieplne zalecane są do pomiaru temperatury małych obiektów. Odporne są na atmosferę utleniającą.

Termoelementy typu J, czyli żelazo–konstantan (Fe-CuNi), są dość rozpowszechnione ze względu na niski koszt i dużą czułość. Pozwalają na pomiar temperatury w zakresie od -40 do 750°C, a nawet krótkotrwanie do 1000°C. Należy chronić je przed kontaktem z gazami zawierającymi wilgoć, tlen i siarkę.

Termoelementy typu E, czyli chromel–konstantan (ich odpowiednikiem jest termoelement nikielchrom–konstantan), charakteryzują się wysoką czułością – 68 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$. Stosowane są w zakresie od -200 do 900°C. Wykorzystywane są zwłaszcza do pomiarów w temperatu-

rach kriogenicznych. Mogą być wykorzystane do pomiaru w atmosferze redukującej i słabo utleniającej.

Termoelementy typu N, czyli nicrosil–nisil, wyróżniają się bardzo dobrą stabilnością termiczną. Mogą być zastosowane w dokładnych pomiarach temperatury od -40°C do 1300°C . Przeważnie są stosowane w zakresie od 900 do 1300°C .

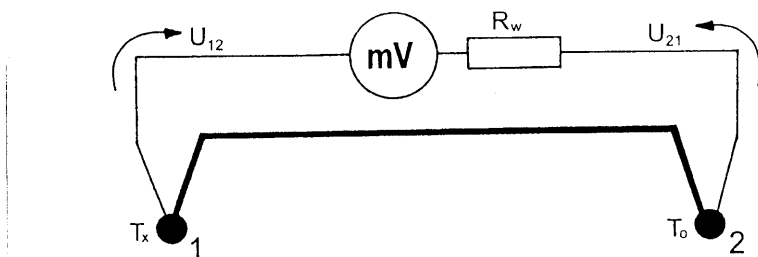
Termoelementy typu T (miedź–konstantan) charakteryzuje dość duża czułość, ale z powodu obecności miedzi mają ograniczony zakres zastosowania, od -200 do 300°C . Ze względu na niski koszt i dostępność materiałów na termoelektrody często są wykonywane i używane w warunkach laboratoryjnych.

Termoelementy platynowo-rodowe (typu S, R i B) stosowane są najczęściej do pomiarów temperatury od 1000 do 1700°C . Wyróżniają się znacznie mniejszym napięciem termoelektrycznym i nieliniową charakterystyką termometryczną, w porównaniu z innymi termoparami. **Termoelementy typu B** mają znikomą czułość w przedziale od 0 do 60°C (SEM oscyluje w granicach od 3 do $6\ \mu\text{V}$). Nie wymagają zatem stabilizacji i pomiaru temperatury spoin odniesienia w tym zakresie, ale także nie pozwalają na pomiar temperatury na tym poziomie. Niewielkie napięcie termoelektryczne generowane w umiarkowanych temperaturach jest powodem, dla którego termopary typu B nie powinny być stosowane do pomiaru temperatury poniżej 200°C . **Termoelementy typu S** stosuje się jako termoelementy wzorcowe. **Termoelementy wolframowo-renowe** pozwalają na pomiar temperatury do 2300°C .

W przemyśle najczęściej stosowane są czujniki termoelektryczne (proste lub kątowe), gdzie termoelektrody izolowane są rurkami ceramicznymi i umieszczone w metalowej lub ceramicznej osłonie ochronnej (mosiądz i stале nierdzewne stosowane są do temperatury 800°C , a osłony ceramiczne do 2000°C) o średnicy zewnętrznej od 10 do $50\ \text{mm}$ i długości zanurzenia od 100 do $2000\ \text{mm}$. Osłona jest zakończona szczelną głowicą z zaciskami do podłączenia przewodów kompensacyjnych lub przedłużających. Wszystkie elementy czujnika termoelektrycznego – zarówno wymiary, jak i materiały – są znormalizowane.

Jeżeli temperatura odniesienia T_0 nie jest stabilizowana i równa temperaturze pokojowej, to wówczas dokładność pomiarowa wynosi $\pm 5^{\circ}\text{C}$. Przy pomiarach laboratoryjnych wolne końce (lub spoinę odniesienia) umieszcza się w naczyniu z lodem, uzyskując w ten sposób dokładność $\pm 0,01 \dots 0,1^{\circ}\text{C}$. Można także zastosować bardzo wygodny układ elektryczny tak zwanej korekcji mostkowej dla temperatury odniesienia $+20^{\circ}\text{C}$, lecz dokładność pomiarów będzie wtedy mniejsza i wyniesie $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

Innym dość często stosowanym obwodem pomiarowym z zastosowaniem termoelementów jest **układ różnicowy** (rysunek 1.2.13) z tak zwanym przeciętym drutem, pozwalającym mierzyć różnicę temperatur w dwóch różnych miejscach.



Rysunek 1.2.13. Termoelement różnicowy

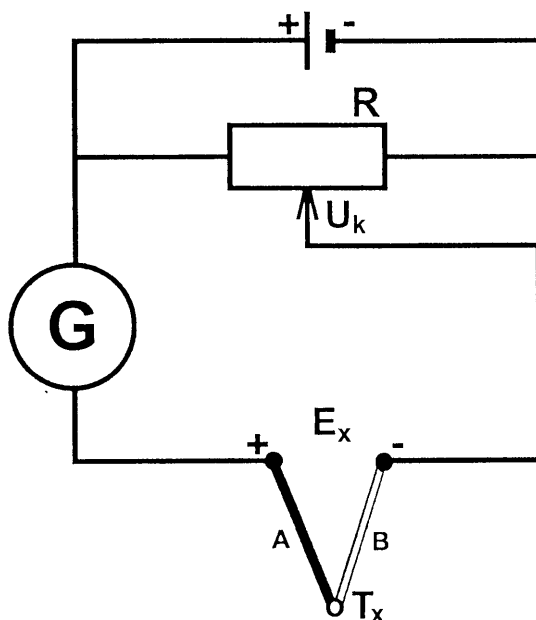
W miejscu przecięcia jednego z przewodów umieszcza się miliwoltomierz i ewentualnie rezystor wyrównawczy. W obwodzie tym powstają dwa napięcia kontaktowe U_{12} i U_{21} przeciwnie skierowane, pochodzące ze spoin (1) i (2). Gdy spoiny (1) i (2) posiadają jednakową temperaturę $T_x = T_0$, wtedy zachodzi kompensacja napięć $U_{12} = U_{21}$ i miliwoltomierz wska-

zuje zero. W przypadku gdy złącza będą w różnych temperaturach, na przykład $T_x > T_o$, wtedy w obwodzie pojawi się nieskompensowana siła termoelektryczna. Spoinę odniesienia (2) zwykle umieszcza się w naczyniu z lodem i przystępuje do wycechowania miernika. Wartość siły termoelektrycznej zależy nie od temperatury, lecz od różnicy temperatur pomiędzy spoinami 1 i 2 oraz od rodzaju zastosowanych materiałów.

$$E = U_{12} - U_{21} = k \cdot (T_x - T_o) \quad (1.2.3)$$

gdzie: k - jest współczynnikiem proporcjonalności.

Oprócz miliwoltomierzy wychyłowych i cyfrowych do pomiaru siły termoelektrycznej bywają stosowane **kompensatory napięciowe**, również automatyczne, umożliwiające dodatkowo rejestrację zmian temperatury badanego obiektu. W metodzie kompensacyjnej (zerowej) mierzona siłą termoelektryczną E_x porównuje się z przeciwnie włączonym napięciem kompensującym U_k (rysunek 1.2.14). Odczyt następuje w chwili, gdy galwanometr G



Rysunek 1.2.14. Kompensator napięciowy (T_x – temperatura mierzona, A, B – termoelementy, E_x – mierzona siła termoelektryczna, G – galwanometr (wskaźnik zera), U_k – napięcie kompensujące. R – potencjometr)

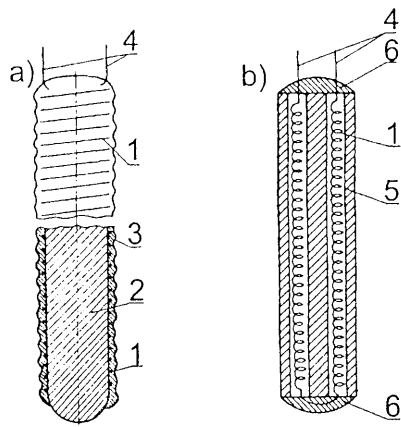
(wskaźnik zera) pokaże równość obu wartości, co następuje przez ręczne lub automatyczne nastawienie napięcia kompensującego. W chwili pomiaru spełniona jest równość:

$$E_x - U_k = 0 \quad (1.2.4)$$

Znając wartość U_k , na podstawie odpowiednich tablic wzorcowych, znajduje się wartość zmierzonej temperatury. Podstawową zaletą metody kompensacyjnej jest dokonywanie odczytu wartości mierzonej siły elektromotorycznej w stanie bezprądowym termoelementu, a więc wynik pomiaru jest w znacznym stopniu niezależny od rezystancji obwodu pomiarowego. Maksymalna wartość rezystancji obwodu pomiarowego jest ograniczona jedynie wymaganą czułością układu.

Termometry rezystancyjne

Termometr rezystancyjny (termorezystor) jest przetwornikiem, w którym wykorzystuje się zależność rezystancji przewodnika lub półprzewodnika od temperatury (rysunek 1.2.15).



Rysunek 1.2.15. Platynowy termometr rezystancyjny: a) wykonanie z prętem, b) wykonanie z rurką dwuotworkową; (1 – uzwojenie rezystancyjne, 2 – pręt szklany lub kwarcowy, 3 – zewnętrzna warstwa ochronna, 4 – końcówki, 5 – rurka ceramiczna, 6 – glazura).

Jako materiał oporowy do pomiarów precyzyjnych stosuje się prawie wyłącznie platynę w postaci drutu o średnicy 0,04–0,1 mm, nawiniętego luźno na szkielet ze szkła lub kwarcu. Czujniki termorezystancyjne buduje się tak, aby ich opór czynny wynosił około 25, 50 lub 100 Ω . Platynę cechuje stabilność parametrów, dlatego znajduje zastosowanie przy pomiarach temperatury od -200 do 600°C . Osiągana dokładność sięga 0,001 K. Termorezystory platynowe wraz z układem pomiarowym odgrywają szczególnie ważną rolę w technice pomiarowej, gdyż umożliwiają dokładne odtwarzanie międzynarodowej skali temperatur.

Rezystancyjne przetworniki temperatury można także stosować do pomiaru prędkości przepływu gazów (termoanemometry), składu gazów (katarometry) oraz do pomiaru bardzo małych ciśnień (kontrola próżni). Do budowy układu pomiarowego termometru rezystancyjnego jako mierniki używane są ilorazowe przyrządy magnetoelektryczne, zwane logometrami, oraz mostki Wheatstone'a. Rezystancyjne przetworniki temperatury mogą być również wykonywane z materiałów półprzewodnikowych (na przykład: AgS lub CuO) – wówczas noszą nazwę termistorów.

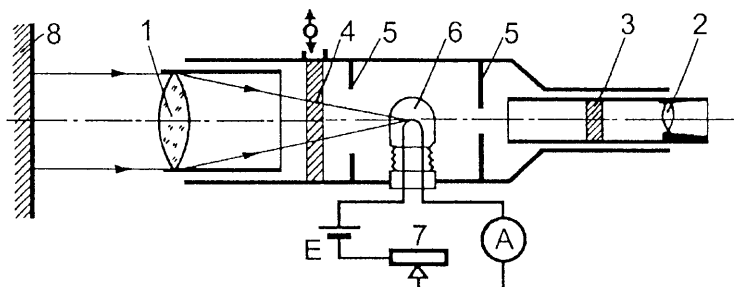
Pirometry

Do pomiaru bardzo wysokich temperatur służą termometry optyczne, zwane pirometrami. Zastosowanie pirometrów do pomiaru temperatury opiera się na fakcie, że natężenie promieniowania emitowanego przez ciała gorące jest funkcją temperatury. Pirometry należą do grupy przyrządów, które mierzą temperaturę w sposób bezstykowy, na odległość, w związku z czym temperatura badanego obiektu nie ulega zakłóceniu w czasie pomiaru. Mierzac natężenie promieniowania cieplnego wysyłanego przez ciało badane, na podstawie praw rządzących promieniowaniem ciała doskonale czarnego możemy stosunkowo dokładnie określić temperaturę badanego ciała. Zakres promieniowania cieplnego, mającego największe znaczenie w pirometrii, obejmuje promieniowanie widzialne i podczerwień.

Zależnie od wykorzystywanego zakresu długości fal wysyłanego promieniowania cieplnego pirometry dzielimy następująco:

- pirometry radiacyjne, wykorzystujące całkowite promieniowanie wysyłane przez ciała gorące,
- pirometry optyczne, wykorzystujące tylko pewne pasma wysyłanego promieniowania cieplnego.

Najdogodniejszym i najczęściej stosowanym pirometrem jest pirometr optyczny z zanikającym włóknem, którego schemat pokazano na rysunku 1.2.16.



Rysunek 1.2.16. Pirometr optyczny z zanikającym włóknem (1 – soczewka, 2 – okular, 3 – filtr czerwony, 4 – filtr szary, 5 – przesłona, 6 – żarówka pirometryczna, 7 – opór zmienny, 8 – badany obiekt, A – amperomierz, E – źródło prądu)

Poprzez okular (2) obserwowane jest źródło promieniowania cieplnego (8). W polu widzenia między źródłem promieniowania a okulem w płaszczyźnie ogniskowej umieszczona jest żarówka (6) z węglowym włóknem. Obserwator przez lupę widzi włókno żarówki na tle źródła promieniowania. Zmieniając natężenie prądu rozżarzającego włókno żarówki za pomocą zmiennego opornika (7), można zaobserwować zanik obrazu włókna na tle rozżarzonego ciała. Włókno wydaje się jaśniejsze na ciemnym tle pola, gdy ma wyższą temperaturę i jest ciemniejsze na tle jasnego pola, gdy posiada niższą temperaturę. Jeśli obie temperatury, włókna i źródła promieniowania cieplnego, są takie same, zanika obraz włókna żarówki i całe pole widzenia staje się jednolite. Natężenie prądu potrzebne do takiego rozżarzenia włókna żarówki, aby znikł jego obraz, odczytuje się na amperomierzu (A). Następnie korzystając z odpowiednich tablic, w które jest wyposażony pirometr, odczytuje się wartość temperatury dla danego natężenia prądu. Często amperomierze wyskalowane są bezpośrednio w stopniach temperatury. Filtr czerwony (3) stosowany jest w tym celu, aby wykorzystywać bardziej dogodną do pomiarów pirometrycznych część widma. W opisanym przyrządzie porównanie jasności włókna żarówki i źródła promieniowania cieplnego odbywa się w przybliżeniu przy jednej długości fali, stąd nazwa: pirometr optyczny (monochromatyczny). Filtr szary stosowany jest przy pomiarze wyższych temperatur, powyżej 1400°C . W wysokich temperaturach włókno lampy wolframowej na skutek sublimacji wolframu zmienia swoją oporność, przez co zmienia się charakterystyka termometryczna żarówki. Filtr szary osłabia obserwowane promieniowanie badanego obiektu, zapobiegając temu zjawisku.

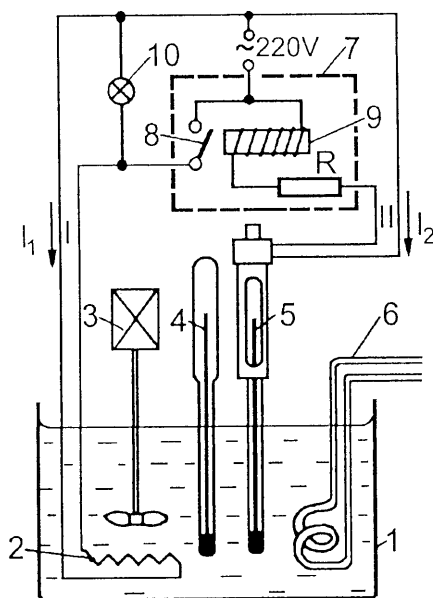
Zakres stosowania pirometrów wynosi od 700 do 2000°C , a dokładność pomiaru waha się od 1 do 3°C w zależności od mierzonego zakresu temperatur. Dla temperatury powyżej 1000°C dokładność odczytu wynosi około 3°C .

Budowa i działanie termostatów

Aparatami służącymi do utrzymania stałej temperatury w wielu reaktorach laboratoryjnych i podczas różnych badań fizykochemicznych, których wynik zależy od temperatury, są termostaty. W celu utrzymania w termostacie możliwie stałej wartości temperatury stosuje się układy automatycznej regulacji temperatury. Układ taki składa się z członu pomiarowego (czujnika), członu sterującego (przełącznika) oraz członu wykonawczego (grzejnika) i obiektu regulacji (naczynia termostatu). Zadaniem członu pomiarowego (czujnika) jest dostarczenie informacji o odchyleniu rzeczywistej temperatury czujnika od wartości temperatury zadanej. Reagując na podwyższenie lub obniżenie tempera-

tury w stosunku do żądanej wartości, podaje on sygnał do przekaźnika, który włącza lub wyłącza instalację grzejną.

Schemat prostego cieczowego termostatu przedstawiono na rysunku 1.2.17. Składa się on z wypełnionego wodą naczynia (1), w którym umieszczona jest grzałka zanurzeniowa (2), mieszadło obrotowe (3), termometr kontrolny (4), termometr kontaktowy (5) oraz węzownica chłodząca (6). Poza tym w skład termostatu wchodzi przekaźnik (7), który pod



Rysunek 1.2.17. Schemat termostatu cieczowego

wpływem stosunkowo słabych impulsów elektrycznych może otwierać lub zamykać obwód prądu o znacznym natężeniu. Wymienione elementy są podstawowymi częściami każdego termostatu. Rolę członu pomiarowego (czujnika) w tym układzie spełnia termometr kontaktowy (5), który zależnie od temperatury termostatowanego obiektu włącza albo wyłącza prąd I_2 płynący w układzie II. Dopóki temperatura termostatu nie osiągnie określonej wartości nastawionej na termometrze kontaktowym, łaźnia jest ogrzewana za pomocą grzałki (2), przez którą przepływa prąd I_1 ze źródła prądu przez zamknięty wyłącznik (8) przekaźnika (w czasie pracy grzałki pali się lampka kontrolna (10)). Po osiągnięciu żądanej temperatury styki termometru kontaktowego ulegają zetknięciu; przez uzwojenie cewki (9) przekaźnika zaczyna przepływać prąd I_2 , na skutek czego wyłącznik (8) wyłącza obwód grzejny (lampka kontrolna gaśnie). Opór R zmniejsza do odpowiedniej wartości prąd płynący przez obwód termometru kontaktowego. Gdy temperatura w termostacie spada poniżej wartości nastawionej, styki termometru kontaktowego rozłączają się, następuje przerwanie obwodu II, a wyłącznik (8) przekaźnika automatycznie zamyka obwód grzejny I.

Podobną do stosowanej w termostatach cieczowych automatyczną regulację temperatury wykorzystuje się także w suszarkach ogrzewanych energią elektryczną. Czujnikiem pomiarowym, zwanym inaczej regulatorem temperatury, może być termometr kontaktowy, termometr metaliczny lub bimetaliczny.

Czujników temperatury (regulatorów) prawie nigdy nie włącza się bezpośrednio w obwód grzejnika termostatu, ponieważ nie są one przewidziane do przepływu prądu o dużym natężeniu, mogącego spowodować utlenienie styków. Poza tym regulatory temperatury zazwyczaj włączają prąd przy przekroczeniu wymaganej temperatury, podczas gdy w momencie tym chodzi właśnie o ograniczenie dopływu ciepła do termostatu. Wprawdzie regulator można łatwo zbudować w ten sposób, aby wyłączał prąd przy wzroście temperatury,

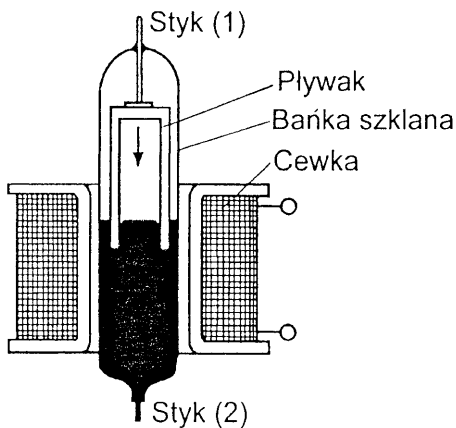
jednak do grzejników o większej mocy konstrukcja taka nie nadaje się. Z tego względu trzeba stosować specjalne przekaźniki, które pod wpływem stosunkowo słabych impulsów elektrycznych dostarczanych przez termoregulatory mogą otwierać lub zamykać obwód prądu o znacznym natężeniu.

Znanych jest wiele typów przekaźników. Działanie ich oparte jest na najróżniejszych zjawiskach fizycznych: na rozszerzalności cieplnej, właściwościach magnetycznych metali, zmianie sił spójności, zjawisku wyładowań w gazach, emisji elektronowej, efekcie fotoelektrycznym.

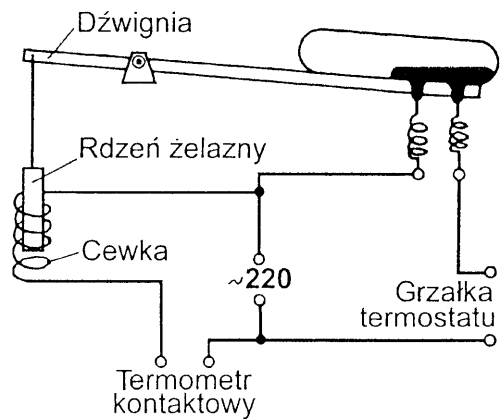
Przekaźniki elektromagnetyczne wykorzystują magnetyczne działanie prądu elektrycznego. Konstrukcyjnie różnią się od siebie natężeniem prądu, który może przepływać przez styki w głównym obwodzie prądu i mocą zadziałania. Moc zadziałania jest to najmniejsza moc doprowadzona do cewki przekaźnika, która wywołuje zwarcie lub rozwarcie styków. Do włączania i wyłączania odbiorników elektrycznych pobierających dużą moc (na przykład spirali grzejnych w termostatach) stosuje się najczęściej rtęciowy przekaźnik elektromagnetyczny (rysunek 1.2.18).

Wewnątrz cewki elektrycznej umieszczona jest bańka szklana z rtęcią i ze stałym metalowym pływakiem. Przy przepływie prądu przez cewkę pływak jest wciągany do cewki, przez co kontakt pływaka ze stykiem (1) zostaje przerwany i w ten sposób zostaje rozłączony główny obwód prądowy, podłączony do styków (1) i (2). Celem ograniczenia korozji styki przekaźnika wykonane są ze specjalnej stali lub wolframu, a bańka wypełniona jest gazem obojętnym lub też całkowicie opróżniona z gazów. Cewka może być zasilana prądem zmiennym lub stałym. Moc zadziałania wynosi 1–2 W, a maksymalny prąd przepływający przez styki może sięgać 14 A przy napięciu sieciowym 220 V.

Inny typ rtęciowego przekaźnika elektromagnetycznego pokazany jest na rysunku 1.2.19. Zwarcie termometru kontaktowego powoduje przepływ prądu przez cewkę przekaźnika i wciągnięcie rdzenia żelaznego do cewki. Dźwignia z umocowaną na niej rurką z rtęcią zostaje pochyłona, przez co rtęć, przelewając się z jednego końca rurki w drugi, powoduje przerwanie obwodu grzejnego. Prąd grzejny włącza się ponownie, gdy na skutek ochłodzenia się termostatu termometr kontaktowy zostanie rozarty i cewka zwolni rdzeń żelazny.

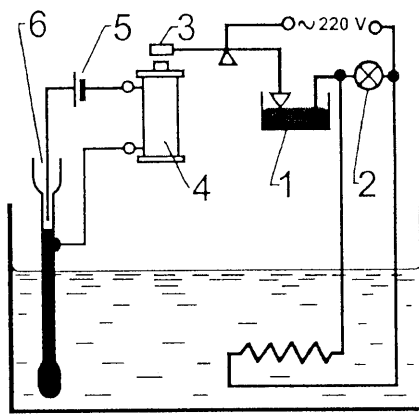


Rysunek 1.2.18. Rtęciowy przekaźnik elektromagnetyczny



Rysunek 1.2.19. Schemat połączeń rtęciowego przekaźnika elektromagnetycznego

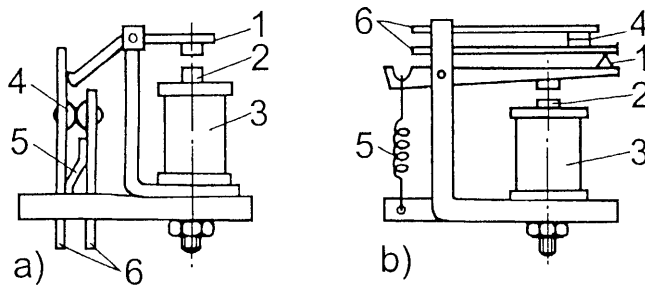
Na rysunku 1.2.20 przedstawiono schemat połączenia termoregulatora z nieco innym przekaźnikiem rtęciowym. Prąd do grzałki doprowadzany jest poprzez kontakt zwierający (1), jakim jest ostrze żelazne zanurzone w naczynku z rtęcią. Gdy kontakt ten jest zwarty, prąd ogrzewa termostat – wskazuje to paląca się lampka kontrolna (2). Po osiągnięciu w termostacie żądanej temperatury zostaje zwarty kontakt (6) regulatora, powodując



Rysunek 1.2.20. Schemat połączeń regulatora z przekaźnikiem i ogrzewaczem

przepływ prądu z baterii (5) przez elektromagnes (4). Elektromagnes przyciąga wówczas kotwiczkę (3), co powoduje przerwanie prądu w obwodzie grzałki. Prąd grzejny włącza się ponownie, gdy na skutek ochłodzenia się termostatu kontakt (6) zostanie otwarty i elektromagnes zwolni kotwiczkę (3).

Jeszcze inne typy przekaźników elektromagnetycznych, zaliczane do mechanicznych, przedstawiono na rysunku 1.2.21.



Rysunek 1.2.21. Schematy przekaźników elektromagnetycznych (1 – kotwica, 2 – rdzeń, 3 – uzwojenie cewki, 4 – styki, 5 – sprężyna, 6 – podłączenie grzałki)

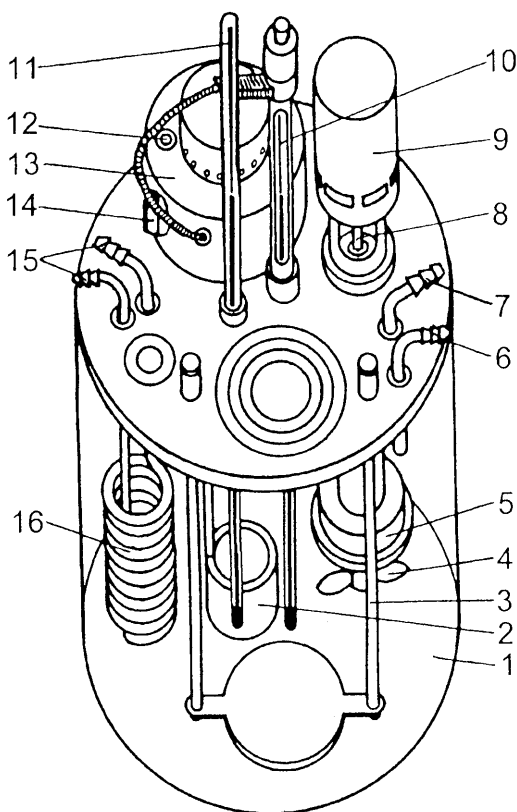
Często właściwości przekaźników elektromagnetycznych, zwłaszcza czułość, nie spełniają wymagań, jakie stawia się termostatom. W tych przypadkach stosuje się układy lampowe i tranzystorowe, które zastępują przekaźnik lub służą do polepszenia jego parametrów. Układy takie nazywa się **przekaźnikami elektronicznymi**. Technika elektroniczna umożliwia budowę termostatów, w których wahania temperatury są mniejsze od tysięcznej części stopnia Celsjusza. Przekaźniki elektroniczne swoimi zaletami znacznie przewyższają inne tego typu urządzenia. Ich czas użytkowania jest bardzo długi, gdyż prądy płynące przez czujniki pomiarowe mogą być bardzo małe (nawet rzędu 10^{-8} A). Tak małe prądy nie powodują iskrzenia oraz utleniania styków, a pewność działania przekaźnika zależy przede wszystkim od jakości styków w sterującym i głównym obwodzie prądowym.

Stosując elektryczne ogrzewanie, **grzejnik termostatu** cieczowego umieszczany jest bezpośrednio w kąpeli. Aby uzyskać dobrą regulację temperatury, poleca się używanie dwóch niezależnych od siebie układów grzewczych. Jeden z nich włącza się na stałe do źródła prądu. Prąd w tym ogrzewaczu reguluje się za pomocą włączonej w obwód opornicy w ten sposób, aby dostarczone przezeń ciepło pokrywało prawie (lecz niezupełnie) straty ciepłe termostatu. Mimo działania tego ogrzewacza kąpiel termostatu powinna powoli stygnąć. Drugi obwód grzejący (regulowany) połączony jest z przekaźnikiem i termoregulatorem. Ma on na celu dostarczenie niewielkich ilości ciepła potrzebnych do utrzymania

stałej temperatury termostatu. Pojemność cieplna, a więc i bezwładność termiczna grzejnika stałego, jest bez znaczenia dla prawidłowego działania termostatu. Natomiast jest rzeczą bardzo ważną, ażeby pojemność cieplna i bezwładność termiczna grzejnika regulującego była jak najmniejsza, aby uniknąć opóźnień w działaniu termoregulatorów.

Ważnym czynnikiem, bez którego stałości temperatury nie da się uzyskać, jest **mieszanie kąpieli** w termostacie. Ma ono na celu równomierne rozprowadzenie ciepła dostarczonego przez ogrzewacz i wyrównanie różnic temperatur, które powstają w kąpieli na skutek strat cieplnych (przewodnictwo, promieniowanie i parowanie cieczy). Wybór odpowiedniego typu mieszadła zależy od wielu czynników, na przykład: wymiaru termostatu, jego kształtu, sposobu rozmieszczenia ogrzewaczy. Dobrze na ogół działają mieszadła propelerowe, osadzone na osi pionowej. Małe mieszadła stosowane do niewielkich termostatów najdogodniej jest wykonać ze szkła. Większe robi się z blachy mosiężnej lub cynkowej. Wielkość mieszadła uzależnia się też od szybkości jego obrotów. Im obroty są szybsze, tym mniejszy powinien być propeler i tym mniejsze musi być wygięcie jego łopatek. Z reguły mieszadło powinno znajdować się możliwie blisko grzejnika. Jest pożądane, żeby strumień krążącej cieczy był kierowany przez mieszadło wprost na grzejnik. Kierunek obrotu dobrze pracującego mieszadła na ogół ma małe znaczenie, ponieważ strumień wytwarzany przez mieszadło jest zawsze silniejszy od prądów konwekcyjnych.

Bardzo dogodne w użyciu są fabryczne typy termostatów cieczowych, zwane ultratermostatami. Najczęściej spotykany w laboratorium jest **ultratermostat** typu UT, którego wygląd zewnętrzny przedstawiono na rysunku 1.2.22. Wahania temperatury tego aparatu utrzymują się w granicach $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$, a zakres regulowanych temperatur, przy zastosowaniu urządzeń i środków pomocniczych, wynosi od -60 do $+ 200^{\circ}\text{C}$.



Rysunek 1.2.22. Ultratermostat typu UT (1 – izolowany zbiornik metalowy, 2 – grzałka, 3 – metalowy, ruchomy statyw, 4 – mieszadło, 5 – pompa wirnikowa, 6 i 7 – wyjście do zasobnika zimna lub aparatu współpracującego, 8 – sprzęgło sprężynowe, 9 – silnik, 10 – termometr kontaktowy, 11 – termometr kontrolny, 12 – lampka kontrolna, 13 – przełącznik elektromagnetyczny, 14 – wyłącznik główny termostatu, 15 – doprowadzenie i odprowadzenie wody chłodzącej, 16 – chłodnica)

Wybór cieczy, którą napelnia się ultratermostat, uzależniony jest od zakresu temperatur, w jakim chcemy pracować. Dla zakresu od -60 do $+1^{\circ}\text{C}$ zarówno ultratermostat, zasobnik zimna (zbiornik zewnętrzny), jak i aparat z nim współpracujący wypełnia się alkoholem etylowym lub metylowym. Dla zakresu od -3 do $+5^{\circ}\text{C}$ roztworem 20% NaCl w wodzie destylowanej, a dla zakresu od $+1$ do $+99^{\circ}\text{C}$ wodą destylowaną. Glicerynę, glikol lub olej mineralny o temperaturze zapłonu powyżej 220°C stosuje się w przypadku stosowania aparatu w zakresie temperatur od $+99$ do 180°C .

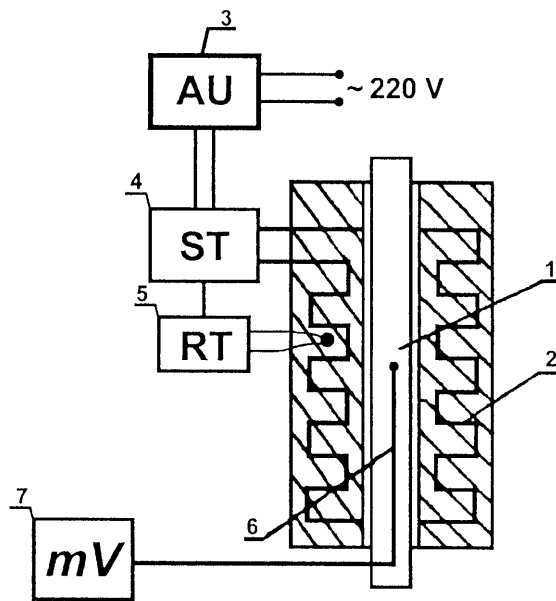
Poziom cieczy w ultratermostacie powinien znajdować się około 4 cm poniżej górnej pokrywy zbiornika. W przypadku gdy nie stosuje się zasobnika zimna lub aparatu współpracującego, wskazane jest, aby końcówki (6) i (7) połączone były krótkim węzłem gumowym.

Uruchomienie termostatu: Po uziemieniu termostatu i podłączeniu przewodem do sieci prądu zmiennego 220 V pierwszą czynnością jest nastawienie termometru kontaktowego na żadaną temperaturę. Czynność tę wykonujemy w sposób opisany wcześniej przy omawianiu termometru kontaktowego. Należy pamiętać, że obrót nasadki magnetycznej termometru w kierunku zgodnym z ruchem wskazówki zegara zwiększa wartość nastawianej temperatury, a obrót w kierunku przeciwnym – zmniejsza ją. Po nastawieniu termometru kontaktowego, przekręcając główny przełącznik, powodujemy uruchomienie termostatu (silnik uruchamia pompkę i mieszadło). Zapalenie się żarówki kontrolnej sygnalizuje działanie grzałki. Żarówka gaśnie w momencie, gdy ciecz w termostacie osiągnie temperaturę, na którą nastawiono termometr kontaktowy. Należy jednak pamiętać, że jego wskazania nie są zbyt dokładne i dla ściślejszego określenia temperatury należy korzystać z termometru kontrolnego. Pracując w zakresie od $+15$ do $+50^{\circ}\text{C}$, dla uzyskania lepszej stałości temperatury cieczy w ultratermostacie korzysta się z chłodnicy spiralnej (16), której rola polega na kompensacji impulsów cieplnych wytwarzanych przez grzałkę. W tym celu jedną z końcówek chłodnicy łączy się przewodem gumowym z kranem rury wodociągowej, a drugi z przewodem odprowadzającym do zlewu. Przepływ wody reguluje się kranem wodociągowym, pamiętając o tym, że im wyższa ma być temperatura cieczy w termostacie, tym mniejszy musi być strumień wody w chłodnicy.

Układ regulacji temperatury w piecach elektrycznych

Wiele procesów chemicznych przebiega w temperaturach wyższych niż można uzyskać w termostatach cieczowych. W takich przypadkach stosuje się inne urządzenia grzewcze – piece elektryczne. Gdy reakcję chemiczną realizuje się w sposób ciągły – z ciągłym dostarczaniem surowców i/lub z ciągłym odbieraniem produktów – zwykle są to piece rurowe, w których znajduje się właściwy reaktor chemiczny. Elementem grzewczym jest najczęściej spirala z drutu oporowego, nawinięta na rurę pieca. W takim przypadku zwykle bardzo trudno jest uzyskać równomierny rozkład temperatury wzdłuż długości pieca – dla badań przebiegu reakcji chemicznych strefa jednakowej temperatury, znajdująca się w środkowej części pieca, powinna być jak najdłuższa.

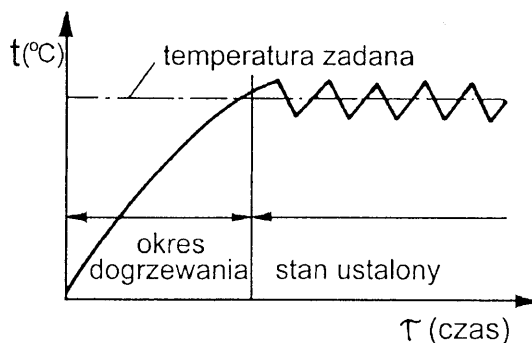
Idea układu regulacji temperatury, stosowanego w piecach rurowych (rysunek 1.2.23), jest podobna jak w przypadku termostatów cieczowych. Czujnik temperatury – zwykle termopara umieszczona jak najbliżej elementu grzewczego – steruje pracą elektronicznego regulatora temperatury (RT). W regulatorze (RT) porównywana jest aktualna wielkość siły elektromotorycznej termopary sterującej z wartością siły elektromotorycznej odpowiadającej żądanej temperaturze, na jaką wcześniej nastawiono regulator. W zależności od tego, czy aktualna temperatura wskazywana przez termoparę sterującą jest niższa czy wyższa od żądanej, sygnał z regulatora (RT) włącza lub wyłącza styki przekaźnika – stycznika (ST).



Rysunek 1.2.23. Układ regulacji temperatury (1 – reaktor, 2 – piec oporowy, 3 – autotransformator, 4 – stycznik, 5 – regulator temperatury, 6 – termopara, 7 – miliwoltomierz cyfrowy)

Ten z kolei włącza lub wyłącza napięcie zasilające element grzewczy pieca. Celem zminimalizowania częstości przełączeń styków stycznika (ST) i zmniejszenia wahań temperatury w piecu, wynikających z jego bezwładności cieplnej, napięcie zasilające piec zwykle zmniejszane jest za pomocą autotransformatora (AU).

Opisana regulacja temperatury jest regulacją nieciągłą – dwupołożeniową: załączone–wyłączone. Przy tego typu regulacji, wskutek wspomnianej już bezwładności cieplnej pieca, rzeczywista temperatura w nim panująca waha się wokół wartości zadanej o kilka, a nawet kilkanaście stopni. Pokazano to na rysunku 1.2.24. Podobne zjawisko, tylko z mniejszymi bezwzględными wartościami wahań temperatury, występuje także w termostatach cieczowych. W konstrukcji pieców to niekorzystne zjawisko minimalizuje się, umieszczając



Rysunek 1.2.24. Przebieg zmian temperatury w piecu elektrycznym lub w termostacie cieczowym z nieciągłą regulacją dwupołożeniową: załączone–wyłączone

termoparę sterującą przy elemencie grzewczym. Wtedy wahania temperatury, wynikające ze specyfiki regulacji dwupołożeniowej, dotyczą temperatury elementu grzewczego. Dzięki bezwładności cieplnej pieca nie przenoszą się one do reaktora. Ale przy takim rozwiązaniu układu regulacji temperatury temperatura mierzona przez termoparę sterującą zwykle jest inna niż temperatura panująca w reaktorze znajdującym się w piecu. Dla pomiaru rzeczywistej temperatury strefy reakcji chemicznej w reaktorze znajduje się druga termopara pomiarowa połączona z urządzeniem do pomiaru temperatury – miliwoltomierzem lub kompensatorem ((6) i (7) na rysunku 1.2.23).

1.2.2. Urządzenia do pomiaru strumienia płynów dostarczanych do reakcji chemicznych

Pomiar przepływu płynów jest czynnością bardzo powszechną, występującą zarówno w praktyce przemysłowej (kontrola procesu technologicznego oraz sterowanie tych czynności jednostkowych, których przebieg determinowany jest kontaktowaniem reagentów w określonym stosunku), technice laboratoryjnej (warunek uzyskania ściśle zdefiniowanych i powtarzalnych warunków eksperymentalnych), jak i w wielu czynnościach wykonywanych w życiu codziennym (dystrybucja i sprzedaż płynów, na przykład tankowanie paliwa, określanie zużycia wody). Duża różnorodność warunków, w niektórych przypadkach także zmienność ich w czasie pomiaru, a przede wszystkim różna skala zjawisk uniemożliwiają aplikację jednej metody pomiaru i zastosowanie w każdym rozpatrywanym przypadku uniwersalnego przyrządu pomiarowego. W praktyce stosowane są więc różne techniki i sprzęt pomiarowy.

Wynik pomiaru przepływu płynów determinowany jest szeregiem czynników, wśród których za najważniejsze należy uznać: ciśnienie i temperaturę, gęstość, lepkość, obecność zanieczyszczeń płynu oraz charakter przepływu. Z uwagi na trudność analitycznego ujęcia wszystkich parametrów pomiary przepływów realizowane w dużej skali przemysłowej wymagają zazwyczaj bardzo złożonych procedur oraz stosowania specyficznego sprzętu pomiarowego. Tego typu czynności należą bez wątpienia do najtrudniejszych zagadnień w metrologii przemysłowej.

Celem tego rozdziału jest przybliżenie zagadnień związanych z techniką pomiaru przepływów oraz prezentacja metod i sprzętu służącego do pomiaru strumienia płynu kierowanego do procesów chemicznych.

Pomiary przepływu płynów (gazów, cieczy i pary) są prowadzone celem określenia ilości mediów płynących w rurociągach, tj. prędkości przepływu V (m/s), strumienia objętościowego Q (m³/s) lub strumienia masy M (kg/s). Wielkości te są ze sobą związane ogólnymi zależnościami matematycznymi:

$$Q = A \cdot V \quad (1.2.5)$$

$$M = \rho \cdot Q \quad (1.2.6)$$

gdzie: A – powierzchnia przekroju rurociągu [m²],
 ρ – gęstość płynącego medium [kg/m³].

Do pomiaru prędkości przepływu (V) stosowane są przyrządy zwane **anemometrami**, zaś do pomiaru strumienia objętościowego (Q) lub masowego (M) – **strumieniomierze**. W praktyce bardzo często zachodzi konieczność nie tylko pomiaru prędkości przepływu lub strumienia płynu, ale także bilansowania objętości lub masy przepływającego medium w określonym przedziale czasu. Urządzenia stosowane do tego celu nazywamy **licznikami**. Na określenie całej grupy urządzeń stosowanych do pomiaru przepływu płynów, zarówno w przemyśle, jak i w laboratorium, powszechnie stosuje się termin **przepływomierze**.

Urządzenia stosowane do pomiaru strumienia płynu bardzo często zaopatrzone są w przetworniki umożliwiające całkowanie sygnału i spełniają jednocześnie obie funkcje; strumieniomierza i licznika płynu. Z technicznego punktu widzenia nie sprawia obecnie także najmniejszego problemu operacja różniczkowania sygnału – licznik może zatem jednocześnie pełnić rolę przepływomierza. Biorąc to pod uwagę, podział urządzeń pomiarowych na strumieniomierze i liczniki jest zupełnie nieuzasadniony.

Urządzenia stosowane do pomiaru przepływu płynów można klasyfikować, biorąc pod uwagę zasadę ich działania, na następujące grupy:

- 1) przepływomierze manometryczne – oparte na pomiarze ciśnienia różnicowego (kryzy, kapilary, dysze, przewężenia, rurki spiętrzające),
- 2) przepływomierze grawimetryczne – istota pomiaru przepływu polega na określeniu warunków (punktu) umożliwiających zrównoważenie siły naporu wywieranego na element pomiarowy wprowadzony do strumienia poruszającego się płynu (rotometry, przepływomierze klapowe),
- 3) przepływomierze tachometryczne – w których strumień nadaje prędkość obrotową elementowi pomiarowemu wprowadzonemu do rurociągu (przepływomierze turbinowe i komorowe),
- 4) przepływomierze indukcyjne (elektromagnetyczne) – wykorzystujące zjawisko indukcji elektromagnetycznej i powstawanie SEM w strumieniu medium pełniącego rolę przewodnika umieszczonego w polu magnetycznym,
- 5) przepływomierze ultradźwiękowe – wykorzystujące zjawisko Dopplera lub pomiar czasu przejścia impulsu ultradźwiękowego poprzez strumień medium,
- 6) przepływomierze oscylacyjne – wykorzystujące samoistne oscylacje strugi lub zjawisko pobudzania poprzez oscylator mechaniczny, na przykład generator wiru (przepływomierze oscylacyjne mechaniczne i strumieniowe),
- 7) przepływomierze cieplne (termometryczne) – wykorzystujące zjawisko przeniesienia energii cieplnej przez strumień medium.

Przedstawione grupy urządzeń nie wyczerpują wszystkich możliwych do aplikacji zjawisk i odpowiadających im rozwiązań stosowanych w pomiarach przepływu płynów. W określonych przypadkach znajdują również zastosowania inne urządzenia pomiarowe, na przykład przepływomierze laserowe, przepływomierze Coriolisa, przepływomierze dynamometryczne oraz przepływomierze oparte na zasadzie mostka hydraulicznego.

Wśród wszystkich wymienionych grup największe zastosowania znalazły przepływomierze manometryczne oraz grawimetryczne. Z uwagi na prostą budowę i niezawodność działania mają one dominujące znaczenie w praktycznych pomiarach przemysłowych i laboratoryjnych. W dalszej części rozdziału będą więc omówione jako niezależne grupy urządzeń. Pozostałe typy przepływomierzy będą sklasyfikowane i omawiane w grupach urządzeń jako:

- 1) przepływomierze objętościowe (komorowe, rotorowe, puszkowe),
- 2) przepływomierze masowe (termometryczne, z zewnętrznym wymuszeniem, przepływomierze Coriolisa),
- 3) przepływomierze mierzące prędkość przepływu (indukcyjne, turbinowe, ultradźwiękowe).

Przepływomierze manometryczne

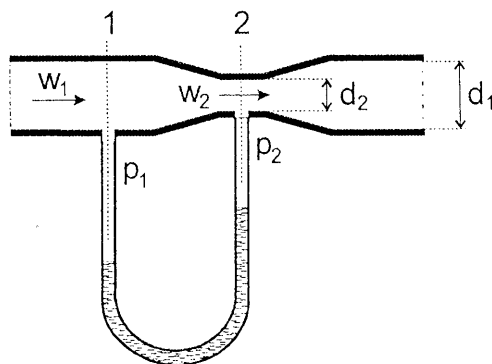
Istota pomiaru za pomocą przepływomierza manometrycznego polega na pomiarze ciśnienia różnicowego (spadku ciśnienia) spowodowanego obecnością odpowiednio ukształtowanego stałego elementu w strumieniu płynu. Spadek ciśnienia jest ściśle zależny od strumienia płynu i dla danego medium pozostającego w stałej temperaturze miernik ciśnienia różnicowego może być bezpośrednio wyskalowany w jednostkach przepływu strumienia.

Metody manometryczne oparte są na prawie ciągłości przepływu i prawie Bernoulliego wyrażającego zasadę zachowania energii. Dla dwu dowolnych punktów strumienia płynu (1) i (2) przedstawionych na rysunku 1.2.25 prawa te można wyrazić następującymi zależnościami matematycznymi:

$$q_m = \rho \cdot w_1 \cdot A_1 = \rho \cdot w_2 \cdot A_2 \quad (1.2.7)$$

$$k_1 \cdot \frac{\rho \cdot w_1^2}{2} + p_1 = k_2 \cdot \frac{\rho \cdot w_2^2}{2} + p_2 + \zeta \cdot \frac{\rho \cdot w_2^2}{2} \quad (1.2.8)$$

gdzie: q_m – strumień płynu [kg/s],
 P – gęstość płynu [kg/m³],
 W_i – prędkość przepływu [m/s],
 A_i – powierzchnia przekroju poprzecznego strumienia [m²],
 $A = \pi d^2/4$, gdzie d – średnica strumienia,
 k_i – współczynnik uwzględniający wpływ nierównomiernego rozkładu prędkości na energię kinetyczną strumienia,
 p_i – ciśnienie [Pa],
 ζ – współczynnik strat lokalnych, zależny od kształtu strumienia.



Rysunek 1.2.25. Model manometrycznego przepływomierza płynu

Zależność (1.2.7) jest słuszna dla płynów nieściśliwych. Jeżeli płyn jest jednorodny i całkowicie wypełnia przestrzeń rurociągu o średnicy d_1 , zaś elementem wywołującym różnicę ciśnienia $\Delta p = p_1 - p_2$ jest zwężka pomiarowa o średnicy d_2 , wówczas z równania ciągłości strumienia (1.2.7) mamy:

$$w_1 = w_2 \cdot \frac{A_2}{A_1} = w_2 \cdot m \quad (1.2.9)$$

gdzie:
$$m = \frac{\frac{\pi \cdot d_2^2}{4}}{\frac{\pi \cdot d_1^2}{4}} = \frac{d_2^2}{d_1^2}$$

Po uwzględnieniu zależności (1.2.9) i przekształceniu równania (1.2.8) otrzymamy:

$$w_2 = K \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot \Delta p}{\rho}} \quad (1.2.10)$$

gdzie: K – stała dla danego układu:

$$K = \sqrt{\frac{1}{k_2 + \zeta - k_1 \cdot m^2}} \quad (1.2.11)$$

Na podstawie szybkości przepływu w_2 wyznaczonej dla wybranego punktu strumienia płynu z równania (1.2.9) wyrażającego prawo ciągłości przepływu możemy określić średnią prędkość przepływu V dla innego, dowolnego odcinka strumienia (rurociągu) o średnicy d :

$$V = w_2 \cdot \frac{d_2^2}{d^2} \quad (1.2.12)$$

zaś z zależności (1.2.5) i (1.2.6) – objętościowy i masowy strumień przepływającego medium:

$$Q = V \cdot A = \frac{w_2 \cdot d_2^2}{d^2} \cdot \frac{\pi \cdot d^2}{4} = \frac{\pi \cdot w_2 \cdot d_2^2}{4} \quad (1.2.13)$$

$$M = \rho \cdot Q = \frac{\pi \cdot \rho \cdot w_2 \cdot d_2^2}{4} \quad (1.2.14)$$

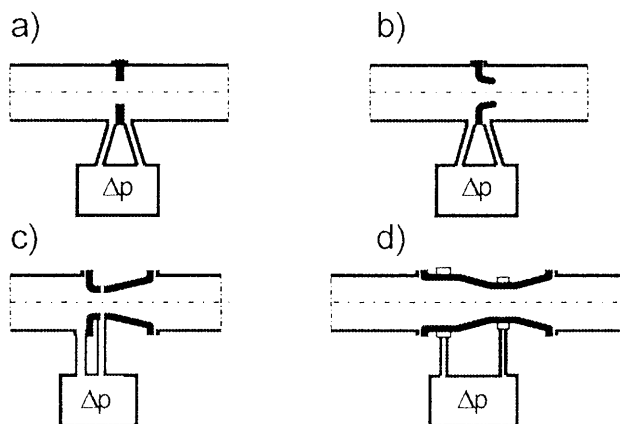
Przedstawione rozważania i równania (1.2.10–1.2.14) dowodzą jednoznacznych zależności pomiędzy mierzoną wielkością ciśnienia różnicowego i określaną wielkością przepływu.

Należy wyjaśnić, że dla uproszczenia analizy pominięto obecność zjawiska tzw. paradoksu miejsca największego przewężenia strumienia (*vena contracta*). Zjawisko to polega na przemieszczeniu punktu największego przewężenia strumienia w stosunku do miejsca najmniejszej średnicy rurociągu w kierunku zgodnym z wektorem strumienia. Na rysunku 1.2.25 punkt najniższego ciśnienia przy ściance (i największego przewężenia strumienia) nie musi więc leżeć dokładnie w przekroju 2 strumienia, lecz może być lekko przesunięty w prawo. Zjawisko paradoksu *vena contracta* jest mniej widoczne w dyszach o płynnie ukształtowanym wlocie (jak na rysunku 1.2.25), natomiast szczególnie duże w przypadku kryz. Uwzględnia się wtedy jego obecność, wprowadzając do równań współczynnik kontrakcji.

W zależności od rodzaju elementu powodującego spadek ciśnienia (typu czujnika), przepływomierze manometryczne dzieli się na:

- przepływomierze zwężkowe,
- przepływomierze krzywakowe (z krzywką),
- rurki spiętrzające (rurki piętrzące),

W **przepływomierzach zwężkowych** elementem powodującym spadek ciśnienia są najczęściej kryzy, dysze lub zwężki Venturiego (patrz rysunek 1.2.26). Szczególnym przypadkiem są tu przepływomierze kapilarne, które znalazły zastosowania przede wszystkim laboratoryjne i będą opisane w dalszej części rozdziału (patrz rysunek 1.2.40). Bardzo wysoka ich wrażliwość na zmiany lepkości płynu (i temperaturę!) oraz na zanieczyszczenia mechaniczne praktycznie całkowicie eliminują przepływomierze kapilarne z zastosowań przemysłowych.



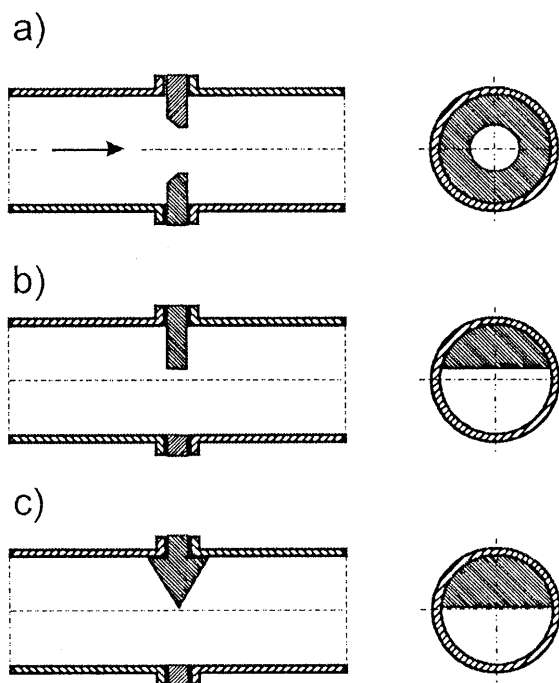
Rysunek 1.2.26. Zwężki pomiarowe stosowane w przepływomierzach: a) kryza, b) dysza, c) dysza Venturiego, d) zwężka Venturiego

Wśród przepływomierzy zwężkowych największe znaczenie mają urządzenia pomiarowe z kryzą. Pomiar przepływu za pomocą kryzy jest metodą tanią, bardzo dokładną, wygodną i niezawodną. Do niewątpliwych zalet tego typu przepływomierzy należy zaliczyć również prostą konstrukcję i nieskomplikowaną technologię ich wytwarzania. Można śmiało przyjąć, że ponad 50 % instalowanych w przemyśle przepływomierzy stanowią urządzenia kryzowe.

Zastosowanie kryzy pomiarowej wymaga spełnienia określonych warunków, których realizacja w praktyce nie stanowi większego problemu technicznego. Przepływające media powinny całkowicie wypełniać odcinek pomiarowy, zaś zwężka powinna być wbudowana prostopadle do kierunku przepływu oraz w takim miejscu rurociągu, w którym nie ma innych zaburzeń strumienia.

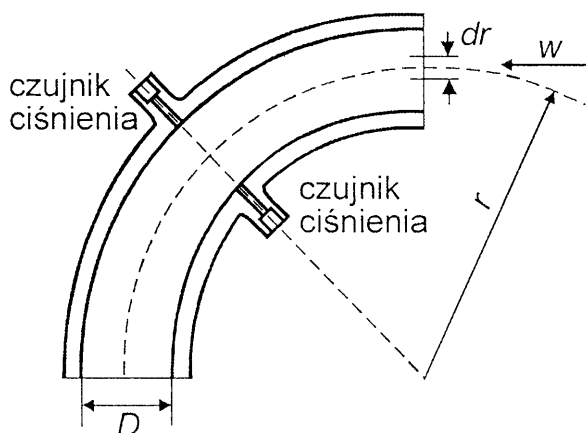
W praktyce stosuje się różne rodzaje elementów spiętrzających (niektóre z nich przedstawiono na rysunku 1.2.27):

1. Kryza (zwężka) znormalizowana (rysunek 1.2.27a), wykonywana zgodnie z PN-93/M-53950/01, z dwoma króćcami do odbioru impulsu ciśnienia zlokalizowanymi na obudowie.
2. Kryza symetryczna – przeznaczona do pomiarów przepływu płynu w obu kierunkach. Kryzy tego typu nie posiadają frezowania w otworze.
3. Kryza segmentowa o otworze w kształcie odcinka koła, który może być zlokalizowany zarówno w górnej, jak i w dolnej części przekroju poprzecznego rurociągu (rysunek 1.2.27b). Kryzy tego typu zalecane są do pomiaru strumienia przepływu płynów zanieczyszczonych ciałami stałymi oraz gazów okresowo zawilgoconych.
4. Kryza kwadrantowa, która charakteryzuje się specjalnie wyprofilowaną krawędzią otworu. Kryzy tego typu stosowane są do pomiaru przepływu płynów przy małych liczbach Reynoldsa oraz do mediów o dużej lepkości, na przykład do olejów.
5. Kryza blokowa (mikrokryza) – wykonana jako odcinek pomiarowy w kształcie tulei o zmiennej średnicy wewnętrznej wmontowany do wnętrza rurociągu.
6. Kryza klinowa (wręgowa), która zawiera klin spiętrzający zlokalizowany wewnątrz rurociągu (rysunek 1.2.27c). Jest ona szczególnie przydatna do pomiaru przepływu mediów o bardzo dużej lepkości.



Rysunek 1.2.27. Zwężki pomiarowe: a) kryza znormalizowana, b) kryza segmentowa, c) kryza klinowa

Przeływomierze krzywakowe – zawierające krzywiznę rurociągu w kształcie kolana lub koła, w których do pomiaru przepływu wykorzystuje się różnicę ciśnienia pomiędzy zewnętrznym i wewnętrznym łukiem, wynikającą z obecności siły odśrodkowej działającej na elementy strumienia (rysunek 1.2.28).



Rysunek 1.2.28. Schemat przepływomierza krzywakowego – kolanowego

Przyrost ciśnienia dp pomiędzy dwoma dowolnymi warstwami płynu przepływającego poprzez rurociąg w kształcie łuku o promieniu r i oddalonymi od siebie na odległość dr jest związany prostą zależnością matematyczną z prędkością przepływu w :

$$dp = \frac{\rho \cdot w^2}{r} \cdot dr \quad (1.2.15)$$

Po uwzględnieniu empirycznej zależności rozkładu prędkości lokalnej strumienia w funkcji promienia r ; $w = w_o \cdot r/r_o$ oraz scałkowaniu równania różniczkowego (1.2.15) w granicach od promienia mniejszej krzywizny do promienia większej krzywizny strumienia otrzymamy równanie umożliwiające określenie prędkości przepływu w :

$$w = \psi \cdot \sqrt{\frac{r_o \cdot \Delta p}{\rho \cdot D}} \quad (1.2.16)$$

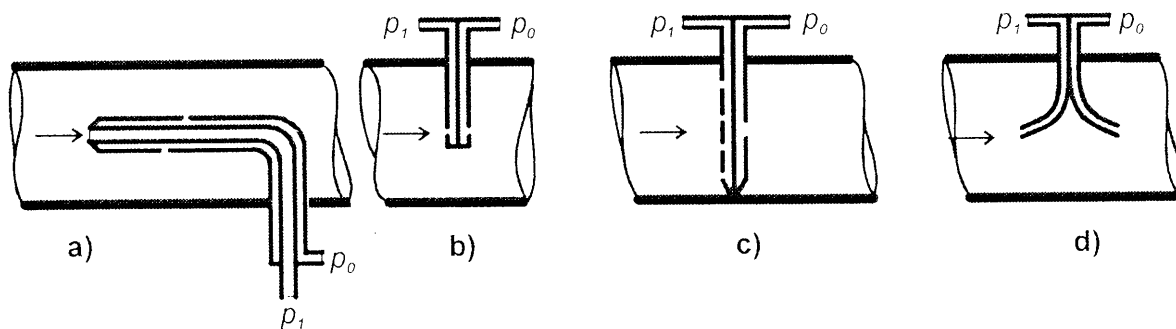
gdzie: r_o – średni promień krzywizny łuku [m],
 w_o – prędkość na średnim promieniu krzywizny łuku [m/s],
 D – średnica wewnętrzna kolanka krzywizny pomiarowej [m],
 ψ – stała wyznaczana empirycznie dla danego typu krzywki pomiarowej, zależna od geometrii, porowatości rurociągu i rodzaju płynu.

Przeływomierze z krzywizną charakteryzują się dosyć znaczną odpornością na pulsacje strumienia, a przede wszystkim małym wpływem lepkości płynu na wskazania pomiarowe.

Zasada działania **przeływomierzy piętujących** (rurki spiętrzających) polega na wykorzystaniu zjawiska lokalnego spiętrzenia (podwyższania ciśnienia) na powierzchni elementu czujnika pomiarowego wprowadzonego prostopadłe do wektora strumienia płynu. Znane są różne konstrukcje tego typu elementów pomiarowych, przy czym największe zastosowania znalazły: rurki Prandtla, sondy piętujące cylindryczne i typu „S”, sondy Anubar oraz konstrukcje uśredniających rurek piętujących, tzw. sondy uśredniające.

Pomiar ciśnienia w punkcie spiętrzenia (p_l) poprzez otwór czujnika „czołowo” umieszczony w stosunku do strumienia płynu (patrz rysunek 1.2.29) daje bardzo znaczny efekt spiętrzenia i podwyższenia ciśnienia w stosunku do otworów zlokalizowanych po stronie odpływu (p_o). Sondy piętujące są bardziej precyzyjne od przepływomierzy zwężkowych.

Prędkość lokalna w punkcie spiętrzenia (w_l) związana jest z mierzoną wartością różnicy ciśnienia ($\Delta p = p_l - p_o$) taką samą zależnością matematyczną jak w przypadku zwęzek pomiarowych (równanie 1.2.10).



Rysunek 1.2.29. Najczęściej stosowane sondy przepływomierzy piętujących: a) rurka Prandtla, b) sonda cylindryczna, c) sonda uśredniająca, d) sonda typu „S”.

Pomimo ograniczenia, że rurką spiętrzającą można dokonać pomiaru jedynie prędkości lokalnej, przepływomierze piętujące znalazły bardzo szerokie zastosowania jako przenośne urządzenia do monitorowania przepływów w największych rurociągach przemysłowych, na przykład w kanałach spalin. W tym przypadku procedura monitorowania kanału (rurociągu) obejmuje szereg pomiarów prędkości lokalnej w określonych punktach przekroju strumienia (wykonanie „siatki” przekroju kanału).

Do celów specjalnych powstały konstrukcje umożliwiające bezpośredni pomiar uśrednionej prędkości przepływu. Rurki uśredniające mają szereg otworów zlokalizowanych wzdłuż sondy wprowadzonej prostopadle do strumienia płynu i zmierzona wartość ciśnienia spiętrzenia odpowiada wartości średniej p_l dla danego strumienia (rysunek 1.2.29c)

Zastosowanie zwężki pomiarowej w przypadku kanałów o dużych przekrojach jest na ogół bardzo kosztowne, a ponadto jej obecność jest źródłem znacznych strat ciśnienia (strat energetycznych!). Rurki spiętrzające są prostym w obsłudze i bardzo dokładnym czujnikiem przepływu pozbawionym tych wad. Tego typu przepływomierze stosowane są do większości gazów, par i cieczy.

Przepływomierze grawimetryczne

Zasada działania przepływomierzy grawimetrycznych polega na określeniu siły koniecznej do zrównoważenia naporu wywieranego na element pomiarowy wprowadzony do strumienia płynu. Wśród przepływomierzy grawimetrycznych najbardziej rozpowszechnione są rotametry oraz przepływomierze klapkowe.

Rotametry (rysunek 1.2.30a oraz rysunek 1.2.39) są prostymi i tanimi przyrządami do pomiaru czystych lub lekko zanieczyszczonych cieczy (w zakresie od 0,1 m³/h do 80 m³/h) oraz gazów (od 1 m³/h do 2500 m³/h). Znalazły one szerokie zastosowania w technice laboratoryjnej.

Matematyczny opis zasady działania rotametry sprowadza się do analizy równowagi siły (F) wywieranej na pływak przez strumień płynu i sił grawitacji. Siła (F) działająca na pływak pozostający w stanie równowagi w określonym punkcie rurki rotametry zależy od kwadratu strumienia objętościowego płynu:

$$F = \frac{\rho \cdot S_p \cdot Q^2}{2 \cdot S_s^2} \quad (1.2.17)$$

gdzie: ρ – gęstość płynu [kg/m³],

S_p – powierzchnia największego przekroju pływaka [m²],

$$S_p = \frac{\pi \cdot d_p^2}{4}$$

d_p – największa średnica pływaka [m],

Q – strumień objętościowy płynu [m³/s],

S_s – powierzchnia szczeliny pomiędzy pływakim a określonym punktem rurki rotametru [m²],

$$S_s = \frac{\pi \cdot (d_o^2 - d_p^2)}{4}$$

d_o – średnica rurki w punkcie równowagi pływaka [m].

Pozorny ciężar pływaka zanurzonego w płynie o gęstości ρ jest równy różnicy jego ciężaru i siły wyporu hydrostatycznego:

$$P = g \cdot V_p \cdot (\rho_p - \rho) \quad (1.2.18)$$

gdzie: g – przyspieszenie ziemskie [9,81 m/s²],

V_p – objętość pływaka [m³],

ρ_p – gęstość materiału, z którego wykonany jest pływak [(kg/m³).

Po spełnieniu warunku równowagi położenia pływaka w rotametrze ($F = P$) i porównaniu równań (1.2.17) i (1.2.18) wyrażających zrównoważone siły (F) i (P) otrzymujemy zależność określającą objętościowy strumień przepływu dla dowolnego położenia pływaka:

$$Q = S_s \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot g \cdot V_p \cdot (\rho_p - \rho)}{\rho \cdot S_p}} \quad (1.2.19)$$

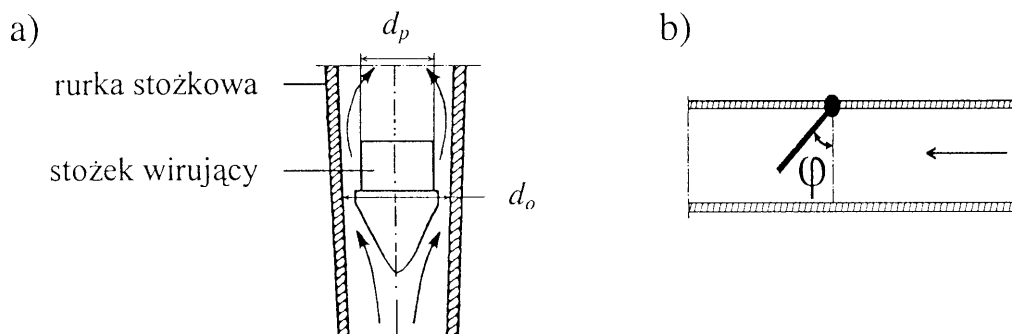
Dla konkretnego rotametru wyrażenie podpierwiastkowe przyjmuje wartość stałą dla danego gazu i równanie (1.2.19) można uprościć do postaci:

$$Q = K \cdot S_s \quad (1.2.20)$$

gdzie: K – stała rotametru, zależna od rodzaju płynu.

W przeprowadzonej analizie, podobnie jak przy analizie przepływomierzy manometrycznych, dla jej uproszczenia, pominięto obecność zjawiska paradoksu miejsca największego przewężenia strumienia.

W warunkach przemysłowych rotametry spełniają rolę rurek wskaźnikowych, jak również stosuje się je w sprzężeniu z przetwornikami fotoelektrycznymi, indukcyjnymi czy magnetycznymi.



Rysunek 1.2.30. Modele przepływomierzy gravimetrycznych: a) rotametr, b) przepływomierz kłapowy

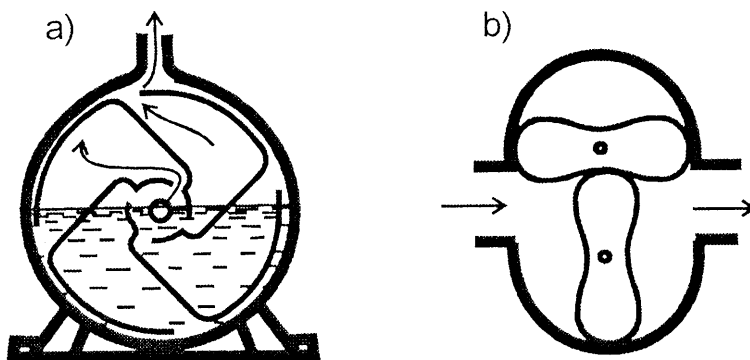
W **przeływomierzach kłapkowych** (rysunek 1.2.30b) ruch kłapy najczęściej jest wy-
prowadzony za pomocą sprzęgła magnetycznego do przetwornika kąta obrotu. Kąt odchy-
lenia kłapy zależy od strumienia objętości płynu:

$$Q = F \cdot \sqrt{C \cdot \frac{\operatorname{tg} \varphi}{\cos \varphi}} \quad (1.2.21)$$

gdzie: F – powierzchnia prześwitu pomiędzy rurociągiem i kłapą [m^2],
 C – stała zależna od rodzaju płynu,
 φ – kąt wychylenia kłapy.

Przeływomierze objętościowe

Grupę przeływomierzy umożliwiających bezpośredni pomiar strumienia objętości-
owego płynu powszechnie klasyfikuje się jako przeływomierze objętościowe. Zasada ich
pracy polega na pomiarze całego strumienia płynu poprzez podzielenie go na porcje o zna-
nej objętości i zliczenie ilości porcji (ustalonych jednostek objętości płynu) w jednostce
czasu. Największe znaczenie praktyczne mają tu przeływomierze komorowe (rysunek
1.2.31) oraz przeływomierze tarczowe i tłokowe. Charakteryzują się one dużą precyzją
pomiaru i znajdują zastosowania dla celów rozliczeń handlowych, na przykład jako wodo-
mierze oraz liczniki dystrybutorów paliw i olejów. Do laboratoryjnego pomiaru przepływu
gazu powszechne zastosowanie znalazły natomiast „mokre” przeływomierze bębnowe,
tzw. mokre liczniki gazu (rysunki 1.2.31a i 1.2.42) oraz przeponowe przeływomierze mie-
chowe.



Rysunek 1.2.31. Przeływomierze komorowe: a) bębnowy, b) rotorowy

Wadą przeływomierzy objętościowych jest możliwość występowania „przecieków”
pomiędzy obudową a częściami ruchomymi i bardzo duży wpływ lepkości płynu na wynik
pomiaru. Do wzorcowania tego typu przeływomierzy należy zatem stosować takie ciecze
lub gazy, jakich pomiar strumienia objętościowego będzie później dokonywany w konkret-
nym egzemplarzu licznika.

Do przeływomierzy umożliwiających pomiar strumienia objętościowego płynu można
również zaliczyć przeływomierze elektromagnetyczne, które będą omawiane w dalszej
części rozdziału.

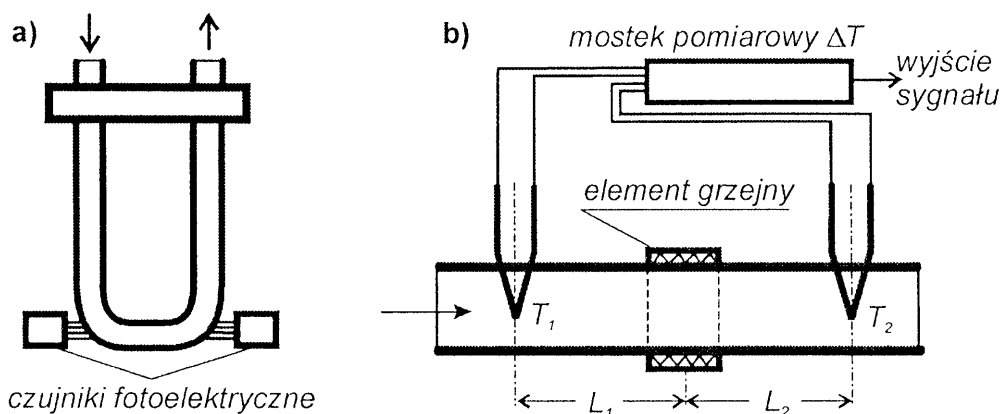
Przeływomierze masowe

Przeływomierze do bezpośredniego pomiaru strumienia masy mają zastosowanie
przede wszystkim wtedy, gdy z uwagi na specyficzne warunki lub właściwości medium
pomiar przepływu (lub strumienia objętości) płynu może prowadzić do otrzymania wyniku

wątpliwego. Tego typu przepływomierze znalazły więc zastosowania między innymi w energetyce ciepłej do bilansowania energii przenoszonej w strumieniu pary czy też wody. W przepływomierzach masowych wykorzystuje się szereg zjawisk jednoznacznie zależnych od strumienia masy. Zaletą tej grupy przepływomierzy jest niezależność wyniku pomiaru od przewodności, gęstości, lepkości, ciśnienia i temperatury płynu.

Zasada działania **przepływomierzy z zewnętrznym wymuszeniem** polega na pomiarze momentu bezwładności przenoszonego na koło łopatkowe przez przepływający płyn. Wielkość ta jest proporcjonalna do strumienia masy.

Przepływomierze Coriolisa wykorzystują zjawisko powstawania siły Coriolisa podczas przepływu cieczy przez element pomiarowy, którym jest rurka w kształcie litery W lub U (rysunek 1.2.32a). Rurka ta poddawana jest drganiom generującym sygnał sinusoidalny. Podczas przepływu masy na zakrzywionych elementach rurki powstaje siła Coriolisa, która powoduje przesunięcie w fazie sygnału pochodzącego od źródła drgań. Przesunięcie fazowe jest proporcjonalne do strumienia płynu.



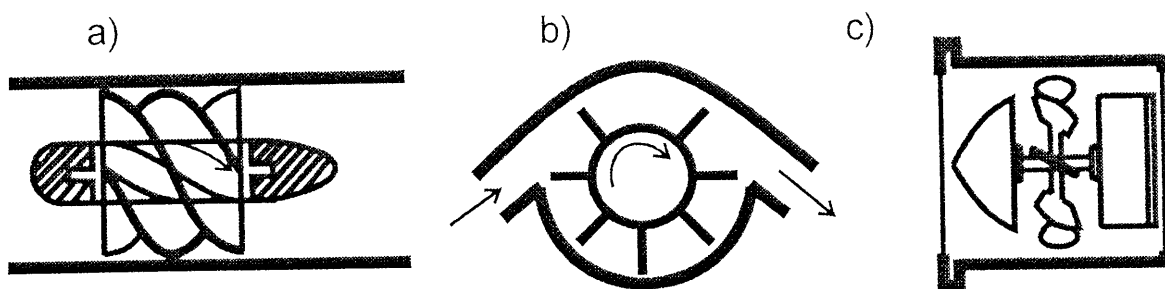
Rysunek 1.2.32. Przepływomierze masowe: a) przepływomierz Coriolisa, b) przepływomierz termometryczny (cieplny)

Zasada działania **przepływomierzy termometrycznych** (cieplnych) polega na pomiarze strumienia ciepłego przenoszonego przez strumień płynu (rysunek 1.2.32b). Różnica temperatur ($T_2 - T_1$) pomiędzy dwoma termoparami zlokalizowanymi symetrycznie ($L_1 = L_2$) względem źródła ciepła jest proporcjonalna do strumienia masy. Tego typu przepływomierze stosuje się powszechnie do pomiaru strumienia masowego cieczy i gazów, jak również w laboratoryjnych układach regulacji przepływu (patrz rysunek 1.2.43). Niewątpliwą zaletą tego typu przepływomierzy jest możliwość bezpośredniego ich sprzężenia w układzie regulacji i komputerowego sterowania procesem.

Przepływomierze do pomiaru prędkości przepływu

Do przepływomierzy mierzących prędkość przepływu należą między innymi przepływomierze turbinowe, indukcyjne i ultradźwiękowe. We wszystkich tego typu urządzeniach mierzony sygnał jest w określonym stopniu zależny od średniej prędkości warstw strumienia płynu. Po spełnieniu warunku odpowiedniej lokalizacji czujnika (turbiny), nie sprawia większych problemów technicznych operacja przekształcenia mierzonego impulsu na wielkość odpowiadającą strumieniowi objętościowemu. Urządzenia te pracują więc zarówno jako anemometry, jak i strumieniomierze.

W **przepływomierzach turbinowych** strumień płynu napędza osiowo wprowadzoną do rurociągu turbinę (wirnik), nadając jej prędkość obrotową proporcjonalną do wielkości strumienia. Praktycznie zastosowania znalazły tu różne rozwiązania konstrukcyjne (rysunek



Rysunek 1.2.33. Rozwiązania konstrukcyjne przepływomierzy turbinowych: a) przepływomierz śrubowy, b) skrzydełkowy, c) łopatkowy

1.2.33), na przykład: przepływomierze śrubowe, skrzydełkowe czy łopatkowe. Przepływomierze turbinowe są bardzo wrażliwe na zakłócenia dynamiki strumienia, a przede wszystkim na zawirowania osiowe. Duży problem sprawia również odpowiednie zabezpieczenie łożyskowania wirników i związana z tym ograniczona dyspozycyjność sprzętu. Niewątpliwą ich zaletą jest wysoka dokładność pomiaru, zazwyczaj błąd nie przekracza $\pm 0,5\%$, oraz fakt, iż mierzona wielkość (obroty elementu wirującego) może być łatwo transformowana i wyprowadzona na zewnątrz w postaci sygnału elektrycznego.

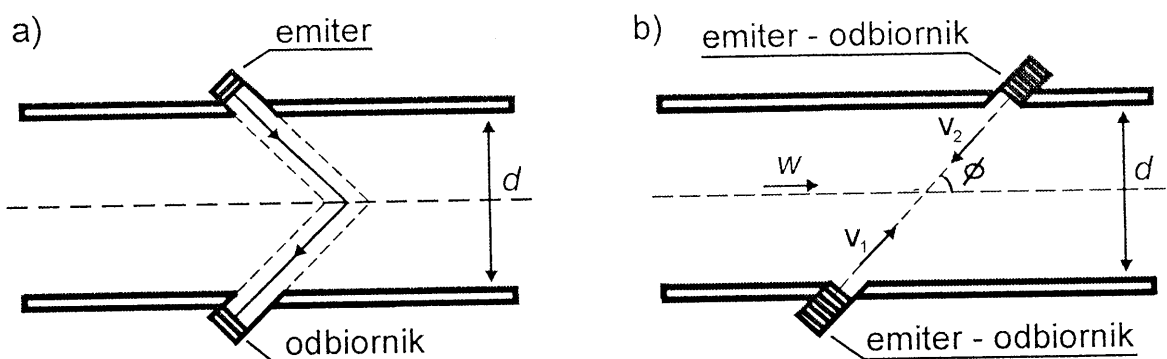
Przepływomierze indukcyjne wykorzystują zjawisko indukcji elektromagnetycznej. Zasada ich pracy polega na pomiarze siły indukowanej w strumieniu płynu pełniącym rolę przewodnika poruszającego się w polu magnetycznym. Indukowana SEM (E) jest proporcjonalna do długości (d) „przewodnika” (praktycznie do średnicy rurociągu), szybkości poruszania się przewodnika w (praktycznie do strumienia płynu) oraz indukcji pola B :

$$E = k \cdot B \cdot d \cdot w \quad (1.2.22)$$

Mierzony sygnał siły elektromotorycznej E odpowiada średniej szybkości poruszania płynu w monitorowanym przekroju strumienia. W określonych warunkach sygnał ten można więc transformować na strumień objętościowy płynu.

Przepływomierze elektromagnetyczne nadają się do pomiarów w rurociągach zamkniętych i kanałach otwartych, do pomiaru cieczy czystych i zanieczyszczonych, ścieków, cieczy agresywnych chemicznie oraz o dużej lepkości. Właściwości płynu oraz zmiany ciśnienia, temperatury i gęstości nie wpływają na dokładność pomiaru.

Wśród **przepływomierzy ultradźwiękowych** praktyczne zastosowania znalazły przepływomierze wykorzystujące pomiar czasu przejścia impulsu ultradźwiękowego poprzez strumień medium oraz przepływomierze wykorzystujące zjawisko Dopplera (rysunek 1.2.34).



Rysunek 1.2.34. Modele przepływomierzy ultradźwiękowych: a) przepływomierz dopplerowski, b) przepływomierz z pomiarem czasu przejścia impulsu

Prędkość fali dźwiękowej w kierunku zgodnym z przepływem płynu v_1 jest różna od prędkości tej fali w kierunku przeciwnym v_2 (rysunek 1.2.34b). Czas przejścia impulsu w każdym z kierunków będzie odpowiednio wynosił:

$$\tau_1 = \frac{d}{\sin \phi \cdot (c + w \cdot \cos \phi)} \quad (1.2.23)$$

$$\tau_2 = \frac{d}{\sin \phi \cdot (c - w \cdot \cos \phi)} \quad (1.2.24)$$

zaś prędkość przepływu będzie wówczas opisana zależnością:

$$w = \frac{d}{\sin 2\phi} \cdot \left(\frac{1}{\tau_1} - \frac{1}{\tau_2} \right) \quad (1.2.25)$$

gdzie: w – prędkość przepływu strumienia [m/s],
 d – średnica rurociągu [m],
 ϕ – kąt pomiędzy wektorem prędkości płynu (średnicą rurociągu) i drogą fali dźwiękowej,
 c – prędkość rozchodzenia się fali dźwiękowej w płynie [m/s].

Zgodnie z równaniem (1.2.25) określenie prędkości przepływu płynu w rurociągu sprowadza się więc do jednoczesnego pomiaru czasu przejścia fali dźwiękowej w obu kierunkach.

Działanie **przeplwomierza dopplerowskiego** (rysunek 1.2.34a) opiera się na pomiarze różnicy częstotliwości ultradźwiękowej fali emitowanej i fali odbitej od przemieszczających się pęcherzyków powietrza lub zawieszonych cząsteczek stałych w strumieniu płynu (efekt Dopplera). Wobec stałej lokalizacji źródła ultradźwięków, zmiana ich częstotliwości wywołana zjawiskiem Dopplera zależy jedynie od prędkości ruchu cząsteczek poruszających się ze strumieniem płynu. Należy podkreślić, że w płynach jednorodnych efekt ten nie występuje i tego typu przeplwomierze mają bardzo ograniczone zastosowanie.

Zaletą przeplwomierzy ultradźwiękowych jest fakt, że nie powodują one strat ciśnienia i nie wymagają wprowadzania elementu pomiarowego do środka rurociągu (strumienia). Mierniki ultradźwiękowe są więc bardzo wygodnym urządzeniem do wyznaczania przepływu chwilowego. Mierniki ultradźwiękowe z pomiarem czasu przejścia impulsu mogą być stosowane zarówno do cieczy czystych, jak i zanieczyszczonych i dlatego znajdują szerokie zastosowania w przemyśle oraz gospodarce wodno-ściekowej.

1.2.3. Ciągłe dostarczanie reagentów do reaktorów laboratoryjnych

W rozdziale tym zostanie omówiony sprzęt oraz urządzenia do ciągłego dozowania, pomiaru i regulacji przepływu płynów, jakie stosowane są w laboratorium z technologii chemicznej do modelowania ciągłych procesów i operacji jednostkowych.

Laboratoryjny zestaw do ciągłego dozowania reagentów płynnych (gazów i cieczy) obejmuje kolejno: zbiorniki reagentów, układy pobierania i dozowania reagentów ze zbiorników (redukcja i stabilizacja ciśnienia) oraz układy do regulacji i pomiaru przepływu. W zestawach laboratoryjnych może być również zastosowany sprzęt, który jednocześnie wykonuje zadania kilku elementów aparatury, eliminujący konieczność ich obecności i upraszczający zestaw doświadczalny. Przykładem może tu być zastosowanie elektronicznego regulatora masowego przepływu gazu, który zarówno stabilizuje ciśnienie, jak i strumień gazu oraz umożliwia kontrolę i pomiar przepływu.

Zasobniki reagentów ciekłych i gazowych

Ciecze przeznaczone do procesów chemicznych i operacji jednostkowych magazynuje się i dozuje z otwartych lub zamkniętych naczyń, na przykład z butli, balonów, kolb, zlewek. Rodzaj naczyń (magazynowych, naporowych i dozujących) i materiał, z którego są wykonane, jak również rodzaj przewodów doprowadzających do układu reakcyjnego zależą od właściwości płynu. Przy magazynowaniu i pobieraniu cieczy należy postępować zgodnie ze szczegółowymi przepisami i instrukcją.

Gazy magazynowane są i pobierane z butli stalowych lub – w przypadku powietrza – ze sprężarki.

Butle ze sprężonymi gazami

Butle z gazami mają kształt stalowych cylindrów o różnej pojemności (o wysokości od około 20 cm do ponad 2 m). Są one wyposażone w akcesoria ułatwiające ich użytkowanie, takie jak: stopa umożliwiająca użytkowanie butli w pozycji pionowej (w butlach większych), zawór główny butli, nagwintowany króciec wylotowy gazu, kołnierz z gwintem do zakręcania kołpaka chroniącego zawór główny oraz kołpak. Ze względu na właściwości gazu stosowane są butle na gazy:

- skroplone niskociśnieniowe, na przykład na amoniak, propan-butan,
- skroplone wysokociśnieniowe, na przykład na ditlenek węgla,
- sprężone, na przykład: azot, argon, hel, tlen, powietrze, wodór, metan itd.

Gazy sprężone mogą być przechowywane w butlach maksymalnie pod ciśnieniem roboczym od 15 MPa do 20 MPa.

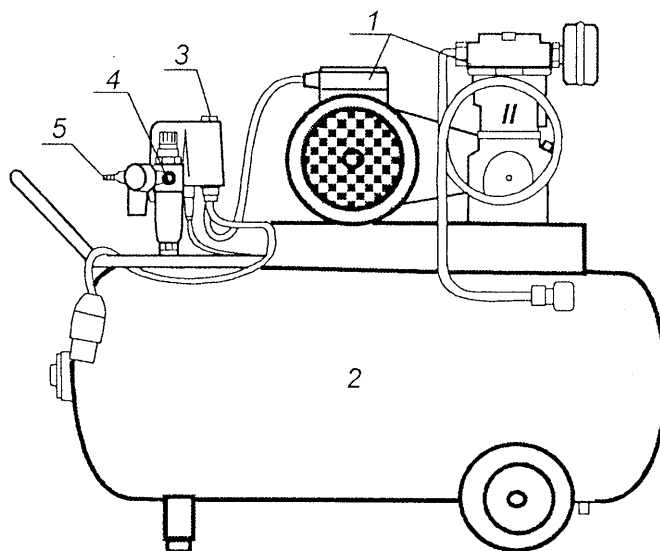
Stalowe butle z gazami podlegają przepisom Urzędu Dozoru Technicznego, które szczegółowo określają obowiązujące próby techniczne oraz zasady ich użytkowania. Mogą one pozostawać bezpośrednio w sąsiedztwie instalacji dozowania tylko po spełnieniu wymagań i zabezpieczeń wynikających ze szczegółowych instrukcji. Butle z gazami są malowane na różne kolory (butle z tlenem są malowane na niebiesko, butle z gazami niepalnymi są szare, z gazami palnymi – z reguły są czerwone, z acetylenem – żółte) ze względu na bezpieczeństwo ich stosowania, aby zapobiegać przypadkowym pomyłkom. Z tego samego powodu butle z wieloma gazami różnią się także rodzajem i wymiarami gwintu króćca wylotu gazu, regułą jest, że butle z gazami palnymi mają lewoskrętny gwint.

Gaz czerpie się z butli poprzez reduktor butlowy, który umożliwia redukcję ciśnienia do zadanej wartości roboczej. Użytkowanie butli (pobór gazu) bez zaworu redukcyjnego jest zabronione.

Sprężarka

W celu dozowania strumienia powietrza do procesów prowadzonych w skali laboratoryjnej stosuje się dmuchawę lub sprężarkę (kompresor). Dmuchawa jest prostym urządzeniem, pozbawionym układu regulacji ciśnienia. Jej zastosowanie ogranicza się więc tylko do tych czynności, które nie wymagają dozowania ściśle określonego i stabilnego w czasie strumienia powietrza, na przykład suszenie naczyń, zapewnienie wymuszonego przepływu powietrza przez suszarkę lub inne urządzenia. Do dozowania ustalonego strumienia powietrza w procesach realizowanych w warunkach laboratoryjnych, oprócz butli stalowych, stosuje się sprężarki.

Sprężarka jest urządzeniem przewoźnym, osadzonym na podwoziu dwukołowym. W skład zespołu sprężarkowego wchodzi: sprężarka (kompresor) z silnikiem elektrycznym,



Rysunek 1.2.35. Sprężarka (1 – sprężarka (kompresor) z silnikiem, 2 – zbiornik sprężonego powietrza z podwoziem, 3 – filtr powietrza z reduktorem, 4 – przyciski sterujące, 5 – końcówka wylotu powietrza)

zbiornik sprężonego powietrza z podwoziem, filtr pobieranego powietrza i reduktor ciśnienia (rysunek 1.2.35).

Sprężarka przeznaczona jest do wszelkich prac wymagających dozowania ustalonego strumienia powietrza pod ciśnieniem maksymalnie do 1,0 MPa. Powietrze pobierane jest ze zbiornika poprzez zawór redukcyjny. Sprężarkę uruchamia się i obsługuje zgodnie ze znajdującą się przy niej instrukcją.

Przed uruchomieniem agregatu sprężarki należy skontrolować prawidłowość pracy zaworu bezpieczeństwa, zaś po włączeniu – obserwować ciśnienie na manometrze i kontrolować działanie układu samoczynnej regulacji ciśnienia w zbiorniku (sprężarka powinna się samoczynnie włączać po obniżeniu ciśnienia w zbiorniku).

Laboratoryjne urządzenia do pomiaru i regulacji przepływu płynów

Wybór zasady pomiaru oraz sprzętu pomiarowego dla celów metrologii laboratoryjnej na ogół nie jest warunkowany kryteriami wyboru stosowanymi w przemyśle, chociaż istnieje tu szereg parametrów wspólnych. Do najważniejszych czynników, które należy uwzględnić przy wyborze metody i sprzętu pomiarowego, należą:

- właściwości metrologiczne – mierzona wielkość (V , M , Q) oraz dokładność pomiaru i żądany rodzaj sygnału wyjściowego,
- właściwości mierzonego medium – charakter płynu, gęstość, lepkość, obecność i charakter zanieczyszczeń, temperatura,
- warunki instalacji – parametry rurociągu, charakter przepływu, możliwość pulsacji i innych zaburzeń przepływu,
- analiza ekonomiczna – analiza kosztów instalacji pomiarowej, koszty eksploatacji i niezawodność sprzętu (dyspozycyjność sprzętu).

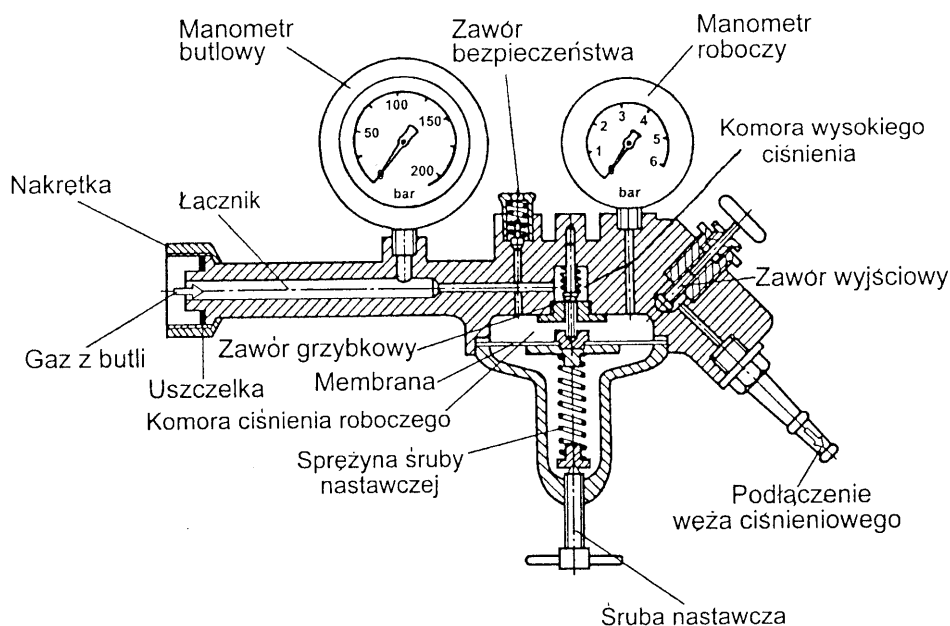
W technice laboratoryjnej mniejsze znaczenie ma rodzaj sygnału, koszt zestawu pomiarowego, stopień zautomatyzowania czynności pomiarowej i dyspozycyjność sprzętu. Większą uwagę przykładą się natomiast do odpowiedniej dokładności pomiaru i pozyskania bezpośredniego sygnału mierzonej wielkości. W laboratorium – obok sprzętu używanego również w przemyśle, jak na przykład rotometr czy przepływomierz cieplny – stosuje się także sprzęt, który w warunkach przemysłowych nie może mieć racji bytu, na przykład fleometr pęcherzykowy czy ściskacz na przewodzie elastycznym.

Najczęściej w laboratoryjnych pomiarach przepływu płynów stosuje się następujący sprzęt pomiarowy: rotometr, przepływomierz kapilarny, fleometr pęcherzykowy, licznik gazowy. W układach dozowania i regulacji przepływu płynów, obok wymienionego sprzętu pomiarowego, stosowane są: reduktory butlowe, zawory i manostaty (jako urządzenia stabilizujące ciśnienie gazów), zawory igłowe i ściskacze laboratoryjne (jako urządzenia odcinające strumień i elementy zgrubnej regulacji) oraz elektroniczne regulatory przepływu gazu. Do dozowania cieczy stosowane są natomiast proste zestawy grawitacyjne oraz różnego rodzaju pompy (tłokowe i perystaltyczne) i układy dozujące ciecze w postaci pary – nasycałniki.

Poniżej kolejno zostaną omówione poszczególne elementy wchodzące w skład zestawów dozowania płynów do reakcji chemicznych.

Reduktor butlowy

Reduktory służą do obniżania ciśnienia gazów pobieranych ze źródła, w których są magazynowane pod ciśnieniem wyższym, do wymaganego ciśnienia roboczego i stabilizacji tego ciśnienia w czasie. W szczególności reduktory butlowe służą do obniżania ciśnienia gazów czerpanych z butli. Schemat reduktora butlowego przedstawiono na rysunku 1.2.36.



Rysunek 1.2.36. Schemat reduktora butlowego

Po otwarciu zaworu butli gaz pod ciśnieniem, jakie panuje w butli, wprowadzany jest łącznikiem do komory wysokiego ciśnienia – co sygnalizuje manometr wysokiego (butlowego) ciśnienia. Wymagane ciśnienie robocze nastawia się poprzez ostrożne wkręcenie śruby nastawczej, która naciskając poprzez sprężynę i membranę na „grzybek”, powoduje jego podniesienie nad gniazdo i odpowiednie powiększenie szczeliny pomiędzy gniazdem zaworu i grzybkiem, a tym samym połączenie komory wysokiego ciśnienia z komorą ciśnienia roboczego. Dzięki równowadze siły wywieranej na membranę przez gaz wypełniający komorę ciśnienia roboczego z zespołem sił wynikających z napięcia sprężyny śruby nastawczej oraz sprężyny grzybka, w komorze ciśnienia roboczego panuje stałe ciśnienie, bez względu na ciśnienie w butli. Każda zmiana ciśnienia w komorze roboczej powoduje odpowiednie zaburzenie równowagi sił, co wiąże się z natychmiastową zmianą położenia

membrany i korekcją wielkości szczeliny pomiędzy gniazdem zaworu i grzybkiem reduktora. Mechanizm ten zapewnia stabilizację ciśnienia roboczego gazu w bardzo szerokim zakresie zmian ciśnienia „butlowego”. Należy dodać, że w rzeczywistości w komorze ciśnienia roboczego mamy do czynienia z pulsacją ciśnienia gazu, na podobieństwo oscylacji temperatury w piecu elektrycznym lub termostacie, jak to zilustrowano w rozdziale 1.2.1 na rysunku 1.2.24. Wielkość „amplitudy drgań” ciśnienia i częstotliwość tych zmian jest jednak nie tylko niezauważalna dla obserwatora, ale nie zakłóca także eksperymentu.

Reduktory są zaopatrzone w zawory bezpieczeństwa, połączone z komorą ciśnienia roboczego. Przy zbyt silnym wkręceniu śruby nastawczej istnieje niebezpieczeństwo dopuszczenia do komory ciśnienia roboczego gazu pod ciśnieniem przekraczającym maksymalne wartości robocze dla danego typu reduktora. W takim przypadku następuje otworenie się zaworu bezpieczeństwa i wypuszczenie nadmiaru gazu na zewnątrz.

Reduktory butlowe przeznaczone do różnych gazów mają tę samą konstrukcję, zaś różnią się, podobnie jak króćce wylotowe butli stalowych, końcówką łącznika (wielkość i rodzaj gwintu). Nakrętki reduktorów przeznaczonych do gazów palnych mają lewoskrętne gwinty i są oznaczone nacięciem na ich zewnętrznej powierzchni. Reduktory do gazów niepalnych mają zwykle gwinty prawoskrętne. Czasami reduktory różnią się także rodzajem materiału, z którego są wykonane, na przykład wszystkie elementy reduktora do amoniaku muszą być wykonane ze stali nierdzewnej, a nie z mosiądzu jak w większości reduktorów przeznaczonych dla gazów nieagresywnych. W tabeli 1.2.3 zestawiono typy reduktorów stosowanych w laboratorium z technologii chemicznej ze wskazaniem ich przeznaczenia oraz zakresu ciśnień.

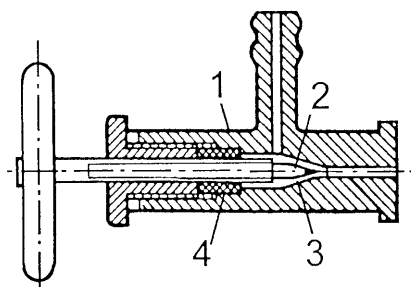
Tabela 1.2.3. Reduktory butlowe dla różnych gazów

| Rodzaj gazu | Maksymalne ciśnienie wlotowe MPa | Zakres ciśnień roboczych MPa |
|----------------|-------------------------------------|---------------------------------|
| Tlen | 16,5 | 0,05 – 1,0 |
| | | 0,2 – 2,0 |
| Wodór | 16,5 | 0,01 – 0,3 |
| | | 0,05 – 1,0 |
| Powietrze | 16,5 | 0,05 – 1,0 |
| Azot | 16,5 | 0,01 – 0,3 |
| | | 0,05 – 1,0 |
| Ditlenek węgla | 7,5 | 0,01 – 0,15 |
| Argon | 16,5 | 0,05 – 1,0 |
| Propan-butan | 1,6 | 0,01 – 0,15 |

Zawór igłowy

Zawór igłowy (iglicowy) służy przede wszystkim do regulacji przepływu płynu, pełniąc w układach ręcznej regulacji rolę elementu wykonawczego. W wielu przypadkach w pracy laboratoryjnej zawór igłowy zastępuje również zawór odcinający strumień płynu.

Schemat zaworu przedstawiono na rysunku 1.2.37. Zawór igłowy składa się z korpusu (1) z króćcami wlotu i wylotu płynu, gniazda (3) na stałe umieszczonego w korpusie, ru-



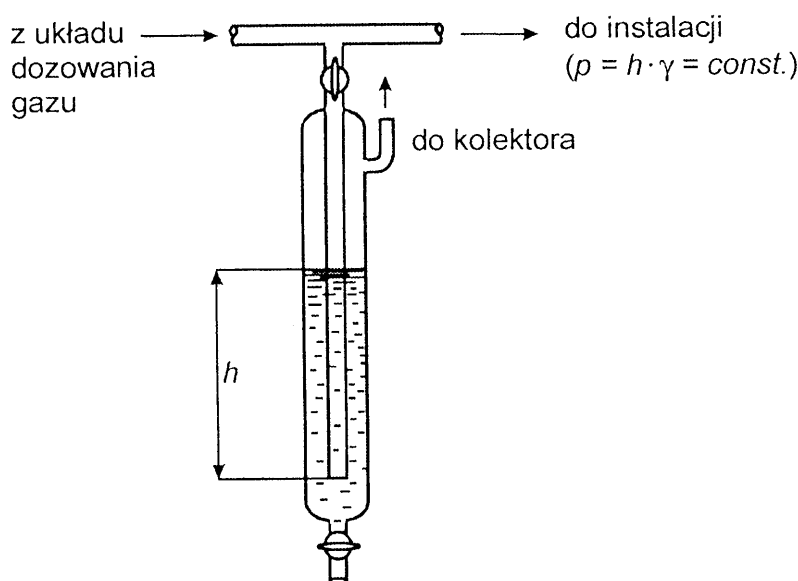
Rysunek 1.2.37. Schemat zaworu igłowego (1 – korpus, 2 – iglica, 3 – gniazdo, 4 – dławica - pakiet uszczelniający)

chomej iglicy (2) z pokrętłem oraz pakietu dławicy uszczelniającej (4). Gniazdo i iglica umieszczone są osiowo względem siebie i spełniają kluczową rolę w funkcjonowaniu zaworu. Ruch obrotowy pokrętła przenoszony jest na ruch posuwisty iglicy względem nieruchomego gniazda, dzięki czemu istnieje możliwość precyzyjnego powiększenia lub zmniejszenia otworu łączącego przestrzeń, w której panuje wyższe ciśnienie, z przestrzenią niższego ciśnienia roboczego. Ruch obrotowy pokrętła umożliwia więc regulację przepływu strumienia płynu.

W precyzyjnej wersji zaworu pokrętło zastąpiono głowicą mikrometryczną, zaś ruch głowicy jest przenoszony na osiowy (posuwisty) ruch iglicy umieszczonej w tłoczku i dociskanej za pomocą sprężyny. W tego typu rozwiązaniach tłoczek i iglica nie wykonują więc ruchu obrotowego, lecz jedynie ruch osiowy.

Manostat

Manostat służy do stabilizacji ciśnienia w instalacjach dozowania i regulacji przepływu gazów. Zasadniczym elementem manostatu jest cylindryczny zbiornik (na przykład wykonany z rury szklanej) wypełniony do określonego poziomu cieczą i zaopatrzony w wewnętrzną rurę doprowadzającą gaz z ciągu dozowania poprzez trójnik (patrz rysunek 1.2.38). Manostat stabilizuje ciśnienie gazu na poziomie równoważnym wysokości (ciężarowi) słupa cieczy. Celem podwyższenia ciśnienia gazu w instalacji można odpowiednio

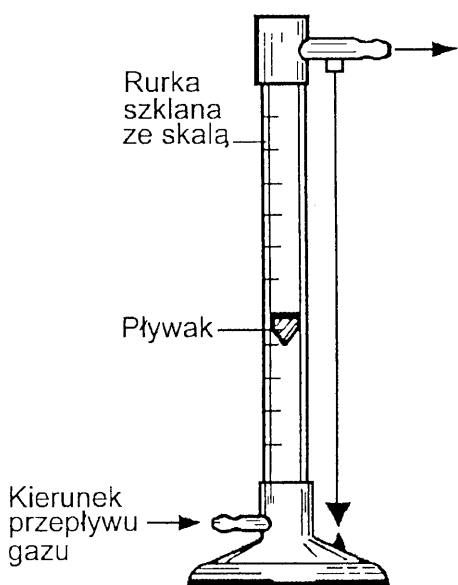


Rysunek 1.2.38. Schemat manostatu (p – ciśnienie gazu za manostatem, h – wysokość słupa cieczy w manostacie, γ – ciężar właściwy cieczy)

podwyższyć poziom cieczy w manostacie lub zastosować do wypełnienia manostatu specjalne ciecze o dużej gęstości. W czasie pracy układu dozowania gazu przez cały czas gaz musi spokojnie barbotować przez ciecz wypełniającą manostat (należy zwracać uwagę, aby przepływ ten nie był zbyt burzliwy), co warunkuje stabilność ciśnienia reagentów w instalacji doświadczalnej za manostatem. W przypadku stosowania gazów palnych lub szkodliwych „nadmiar” gazu przepływający przez ciecz manostatu należy przewodem odprowadzić do kolektora wentylacji lub do unieszkodliwiania.

Rotametr

Rotametr należy do opisanych w rozdziale 1.2.2 przepływomierzy grawimetrycznych, które działają na zasadzie równoważenia sił grawitacji i siły naporu wywieranego na element pomiarowy wprowadzony do strumienia płynu. Rotametry są prostymi i tanimi przyrządami do pomiaru czystych lub lekko zanieczyszczonych płynów (cieczy i gazów) i znajdują bardzo szerokie zastosowania w technice laboratoryjnej i przemyśle.



Rysunek 1.2.39.
Rotametr laboratoryjny

Rotametr laboratoryjny (rysunek 1.2.39) składa się z pionowej, szklanej rury, lekko rozszerzającej się ku górze, w której umieszczony jest pływak. Warunkiem poprawności wskazań przepływu jest idealnie pionowe ustawienie rotametry. Często przyrządy zaopatrzone są w pion lub poziomice umożliwiające jego prawidłowe ustawienie.

Strumień płynu wprowadzany w dolnej części rury wywiera napór na pływak, unosząc go do punktu zapewniającego równowagę sił (równania 1.2.17 i 1.2.18). Punkt równowagi pływaka odpowiada określonej wielkości przekroju strumienia płynu (d_o na rysunku 1.2.30a), co przy stożkowym kształcie rury jest jednoznaczne z określonym położeniem pływaka. Działanie rotametry sprowadza się więc do eksperymentalnie obserwowanego zjawiska „unoszenia” pływaka na wysokość proporcjonalną do wielkości strumienia płynu. Skala rotametry jest opisana w jednostkach strumienia objętościowego.

Wskazania rotametry zależą od lepkości i gęstości płynu, dlatego przyrząd może być stosowany wyłącznie do płynu, na który został kalibrowany, i w zakresie temperatur wskazanych przez producenta. Zastosowanie rotametry do innego płynu wymaga uwzględnienia poprawki. Biorąc pod uwagę równania (1.2.17) – (1.2.19) dla cieczy, mamy:

$$Q_x = Q_o \cdot \sqrt{\frac{(\rho_p - \rho_x) \cdot \rho_o}{(\rho_p - \rho_o) \cdot \rho_x}} \quad (1.2.26)$$

zaś dla gazów, gdy $\rho_p \gg \rho_o$, równanie (1.2.26) można uprościć do postaci:

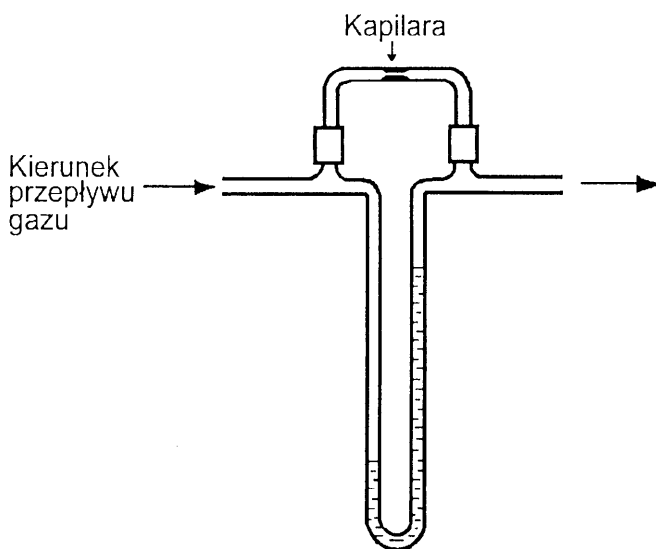
$$Q_x = Q_o \cdot \sqrt{\frac{\rho_o}{\rho_x}} \quad (1.2.27)$$

gdzie: Q_x – objętościowy strumień płynu X [m^3/s],
 Q_o – objętościowy strumień płynu wzorcowego [m^3/s],

- ρ_x – gęstość płynu X [kg/m^3],
- ρ_o – gęstość płynu wzorcowego [kg/m^3],
- ρ_p – gęstość materiału pływaka [kg/m^3],

Przepływomierz kapilarny

Przepływomierze z kapilarą należą do grupy przyrządów manometrycznych, których zasada działania polega na pomiarze spadku ciśnienia na kapilarze przy laminarnym przepływie płynu. Z uwagi na techniczny problem pomiaru ciśnienia na kapilarze w istniejących rozwiązaniach praktycznych pomiar sprowadza się do określenia ciśnienia różnicowego pomiędzy punktami strumienia zlokalizowanymi przed i za kapilarą (rysunek 1.2.40). Dzięki swojej prostej budowie i łatwej obsłudze, przepływomierze kapilarne są powszechnie stosowane w technice i metrologii laboratoryjnej.



Rysunek 1.2.40. Przepływomierz kapilarny

Spadek ciśnienia na kapilarze Δp_s o długości l i średnicy d przy laminarnym przepływie płynu jest proporcjonalny do strumienia objętościowego płynu Q . Zależność tę matematycznie ujmuje prawo Hagen-Poiseuille'a:

$$\Delta p_s = \frac{128 \cdot \eta \cdot l \cdot Q}{\pi \cdot d^4} \quad (1.2.28)$$

- gdzie: l – długość kapilary [m],
 η – lepkość dynamiczna płynu [$\text{N} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}$]
 d – średnica kapilary [m],

Przy pomiarze ciśnienia różnicowego przed i za kapilarą należy uwzględnić dodatkowy spadek ciśnienia Δp_c , związany z przejściem płynu do kapilary i zaburzeniami prędkości jego przepływu:

$$\Delta p_c = 2 \cdot \frac{\xi \cdot \rho \cdot w^2}{2} = \frac{\xi \cdot \rho \cdot Q^2 \cdot 16}{\pi^2 \cdot d^4} \quad (1.2.29)$$

- gdzie: ξ – wyznaczany doświadczalnie współczynnik strat lokalnych zależny od geometrii układu (kształtu strumienia),
 w – prędkość płynu [m/s],
 ρ – gęstość płynu [kg/m^3]

Całkowity spadek ciśnienia Δp będzie więc wyrażony sumą uwzględniającą zależności (1.2.28) i (1.2.29):

$$\Delta p = \frac{128 \cdot \eta \cdot l \cdot Q}{\pi \cdot d^4} + \frac{16 \cdot \xi \cdot \rho \cdot Q^2}{\pi^2 \cdot d^4} \quad (1.2.30)$$

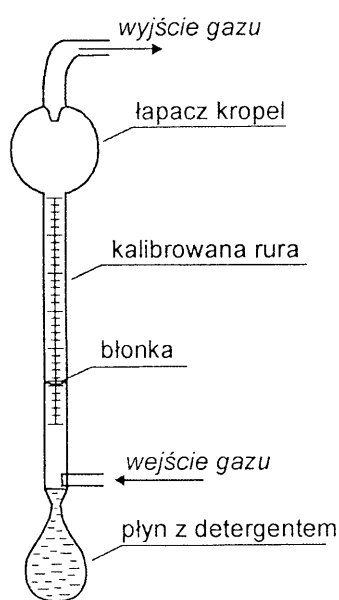
Zależność (1.2.30) wskazuje, że w rzeczywistym laboratoryjnym przepływowierzu kapilarnym mierzona wartość ciśnienia różnicowego jest kwadratową (a nie liniową!) funkcją przepływu. Tylko dla dostatecznie długich kapilar, gdy $l \gg d$, praktycznie dominuje pierwszy składnik sumy równania (1.2.30) i zależność ta jest prostoliniowa. Przyjmuje się że dla $l \geq 300 \cdot d$ charakterystyka przepływowierza jest już praktycznie całkowicie prostoliniowa.

Przedstawiona analiza dowodzi, że czynności kalibracji przepływowierza kapilarnego nie można sprowadzić do pomiaru szybkości przepływu w dwóch punktach ograniczających zakres przyrządu. Procedura kalibracji powinna uwzględniać większą liczbę punktów pomiarowych, zaś przy wykreślaniu zależności objętościowej szybkości przepływu gazu od różnicy ciśnienia należy przyjąć zależność paraboliczną! Graficznie przedstawiona zależność wielkości przepływu Q od mierzonego ciśnienia różnicowego Δp (lub wysokości słupa cieczy Δh w manometrze różnicowym przepływowierza) nazywana jest potocznie **krzywą kalibracji** przepływowierza.

Mierzona wartość ciśnienia różnicowego w przepływowierzach kapilarnych zależy od gęstości i lepkości płynu. Przepływowierz należy zatem kalibrować na właściwy gaz, a ponadto termostatować układ pomiarowy, eliminując wpływ temperatury na wskazania przyrządu. Należy pamiętać, że temperatura ma silny wpływ zarówno na lepkość, jak i gęstość gazów.

W praktycznych rozwiązaniach laboratoryjnych zamiast kapilary stosuje się również porowate warstwy, na przykład ceramiczne świece, spieki, a nawet stałe złoże z wypełnienia w kształcie małych kulek. Celem uzyskania prostoliniowej charakterystyki przepływowierza bardzo często zamiast jednej stosuje się szereg równoległe połączonych kapilar.

Fleometr pęcherzykowy



Rysunek 1.2.41.
Fleometr pęcherzykowy

Fleometr pęcherzykowy jest prostym urządzeniem przeznaczonym do laboratoryjnego pomiaru objętościowej szybkości przepływu gazów. Zasadniczą część przyrządu stanowi kalibrowana rura (np. wykonana z biurety), która jest połączona z wejściem gazu i elastycznym zbiorniczkiem wypełnionym cieczą pieniącą (np. wodą z detergentem). Przez chwilowe ściśnięcie zbiorniczka i podniesienie poziomu cieczy ponad poziom wlotu gazu uzyskuje się jego „barbotowanie” i uniesienie powstałej błonki w strumieniu gazu (rysunek 1.2.41). Pomiar szybkości przepływu polega na określeniu czasu przepływu określonej objętości gazu przez kalibrowaną rurę fleometru.

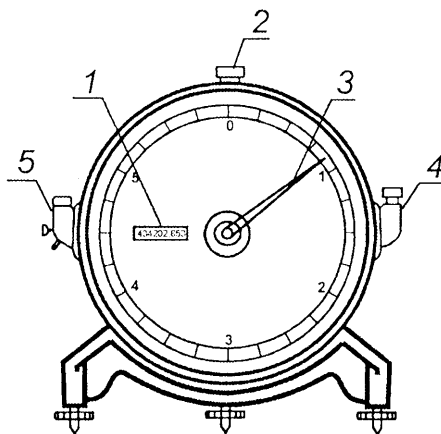
Praktyczny pomiar objętościowej szybkości przepływu gazu polega na określeniu (za pomocą sekundomierza) czasu migracji błonki niesionej przez strumień gazu pomiędzy dwoma kreskami na skali przyrządu określającymi znaną objętość biurety. Strumień objętościowy gazu można określić, korzystając z równania (1.2.31):

$$Q = \frac{3,6 \cdot V}{\tau} \quad (1.2.31)$$

gdzie: Q – objętościowy strumień gazu [dm^3/h],
 V – objętość pomiędzy dwoma wybranymi kreskami rury fleometru (biurety) [cm^3],
 T – czas migracji błony pomiędzy dwoma wybranymi kreskami rury fleometru [s].

Licznik gazowy

Laboratoryjny licznik gazowy należy do grupy komorowych przepływomierzy objętościowych. Schemat urządzenia przedstawiono na rysunku 1.2.31a, zaś ogólny widok przyrządu na rysunku 1.2.42. Licznik składa się ze zbiornika – komory w kształcie walca wypełnionej cieczą, w której umieszczony jest obrotowy bęben podzielony na szereg komór (patrz rysunek 1.2.31a). Rolę uszczelniacza komór przepływomierza spełnia ciecz. Bardzo często stosuje się do tego celu wodę, skąd pochodzi powszechnie używana nazwa przyrządu – gazomierz mokry.



Rysunek 1.2.42. Laboratoryjny licznik gazowy – gazomierz mokry (1 – licznik gazu, 2 – korek wlewu cieczy uszczelniającej, 3 – tarcza ze wskazówką gazomierza, 4 – poziomica, 5 – wskaźnik stopnia napełnienia gazomierza)

Gaz doprowadzany jest do bębna rurą współśrodkową z osią obrotu i napełniając kolejne komory, powoduje obrót bębna. Na osi bębna zamontowana jest wskazówka ((3) na rysunku 1.2.42), której ruch można śledzić na skali opisanej w jednostkach objętości (skala tarczy licznika opisana jest w dm^3). Ruch obrotowy bębna (i wskazówki) jest przekazywany za pomocą przekładni na mechaniczne liczydło (1) objętości gazu, jaka przepłynęła przez licznik, opisane w m^3 .

Jak pokazano wcześniej (patrz: przepływomierze objętościowe w rozdziale 1.2.2), zasada pracy licznika gazowego polega na pomiarze całego strumienia gazu poprzez podzielenie go na porcje o znanej objętości (równej czynnej objętości komór bębna) i zliczenie ilości porcji (obrotów licznika). Warunkiem koniecznym poprawności wskazań przyrządu jest więc stała i zgodna z założeniami konstrukcyjnymi objętość komory licznika. Objętość komory zależy od poziomu cieczy uszczelniającej oraz wypoziomowania licznika. Dokładne ustalenie poziomu wody w liczniku zapewnia wskaźnik napełnienia (5), zaś wypoziomowanie przyrządu – poziomica zamontowana na obudowie (4). Przed użyciem licznika należy sprawdzić zarówno ustawienie przyrządu, jak i stopień napełnienia wodą (przy odłączonym przewodzie doprowadzającym gaz do licznika!). Niewłaściwy poziom cieczy w liczniku i brak wypoziomowania są bowiem najczęstszą przyczyną błędnych wskazań przyrządu. Źródłem innych błędów mogą być zmiany lepkości i gęstości gazu (wpływ temperatury!).

Elektroniczny regulator masowego przepływu gazu

Elektroniczne regulatory masowego przepływu gazu (ERG) przeznaczone są głównie do stabilizacji zadanej wartości natężenia przepływu gazu, chociaż mogą pracować również jako przepływomierze. Urządzenia te stosowane są zarówno w skali laboratoryjnej, jak i w przemysłowych układach regulacji, w których wymagana jest duża stabilność i precyzja podawania gazowych mediów reakcyjnych. Zaletą tego typu urządzeń jest możliwość wysoce powtarzalnego nastawiania zadanej wartości przepływu i sprzężenia urządzenia w automatycznym układzie sterowania procesem.

Regulator pracuje w oparciu o czujnik przepływomierza termometrycznego (ciepłego) – patrz rysunek 1.2.32b. Sygnał wyjściowy, proporcjonalny do strumienia gazu, jest przekazywany do miernika przepływu i do układu sterowania zaworem elektromagnetycznym, który stabilizuje strumień gazu na zadanym poziomie przepływu.

W sprzedaży dostępne są urządzenia laboratoryjne umożliwiające regulację i stabilizację przepływu w różnych zakresach, od 0,04–20 cm³/min (ERG 020) do 20–10000 cm³/min (ERG10000). Zespół cyfr w oznaczeniu typu regulatora określa maksymalny zakres przyrządu w cm³/min.

Regulator powinien być stosowany do gazu, dla którego przeprowadzono jego kalibrację. Zastosowanie regulatora wykalibrowanego na konkretny gaz do pomiaru i regulacji przepływu innego gazu wymaga uwzględnienia współczynników konwersji z tabeli 1.2.4:

$$Q_x = Q_o \cdot \frac{f_x}{f_o} \quad (1.2.32)$$

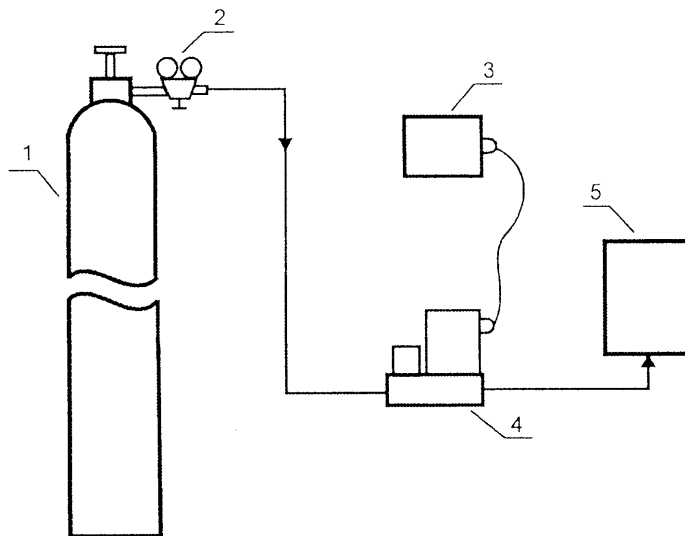
gdzie: Q_x – strumień objętościowy danego gazu [m³/s],
 Q_o – strumień objętościowy gazu wzorcowego [m³/s],
 f_x – współczynnik konwersji danego gazu,
 f_o – współczynnik konwersji gazu wzorcowego.

Tabela 1.2.4. Współczynniki konwersji (f) wybranych gazów dla przepływomierzy termometrycznych

| Rodzaj gazu | f |
|----------------|------|
| Azot | 1,00 |
| Argon | 1,41 |
| Amoniak | 0,79 |
| Butan | 0,29 |
| Ditlenek węgla | 0,78 |
| Hel | 1,39 |
| Metan | 0,81 |
| Wodór | 1,01 |

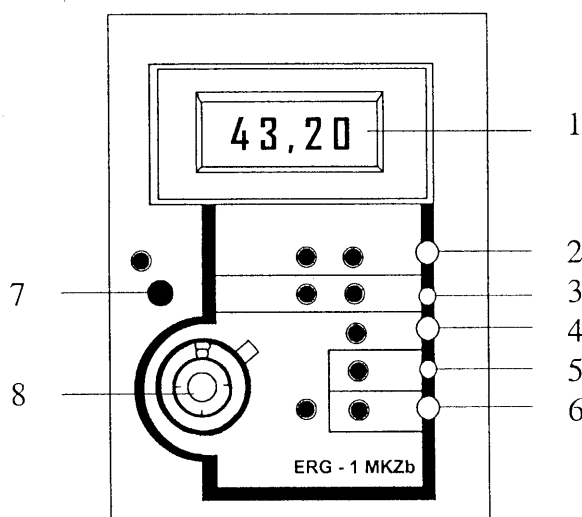
Jednak dla wodoru i gazów szlachetnych przeliczenia przepływu za pomocą równania (1.2.32) mogą prowadzić do znacznych błędów. W takich przypadkach zaleca się kalibrację sprzętu na właściwy gaz, na przykład za pomocą fleometru pęcherzykowego.

ERG może pracować jako miernik strumienia gazu, regulator przepływu oraz dozownik medium do układów próżniowych. Na rysunku 1.2.43 pokazano schemat układu regulacji przepływu z masowym regulatorem przepływu gazu. Regulator (4) współpracuje z zasilaczem elektronicznym (3). Rurociągi należy łączyć zgodnie z oznaczeniem wejścia–wyjścia regulatora, gdyż jest to istotne do prawidłowej pracy zaworu elektromagnetycznego.



Rysunek 1.2.43. Układ dozowania z elektronicznym regulatorem masowego przepływu gazu (1 – butla z gazem, 2 – reduktor butlowy, 3 – zasilacz elektroniczny, 4 – zespół czujnika termometrycznego i regulowanego zaworu elektromagnetycznego, 5 – układ reakcyjny (reaktor))

Elektroniczny regulator masowego przepływu gazu (ERG) powinien być podłączony do gniazda sieci zasilającej 220 V 50 Hz, zaopatrzonego w kołek uziemiający. Przed włączeniem regulatora do pracy należy sprawdzić poprawność połączenia oraz położenie przełączników i wartość nastawy na potencjometrze regulacji. Przełączniki i potencjometr umieszczone są na ścianie czołowej zasilacza. Widok płytki czołowej zasilacza ERG przedstawia rysunek 1.2.44. Po sprawdzeniu położenia przełączników zasilacza (przyciski powinny być wyciśnięte), należy wcisnąć przycisk „power” (7). Włączenie przyrządu sygnalizuje zapalenie się diod wskazujących położenie przełączników. Po ustabilizowaniu pracy przyrządu (około 30 minut) można przystąpić do uruchomienia regulatora przepływu. Sterowanie ręczne regulatora przepływu polega na kolejnym wykonaniu następujących czynności:



Rysunek 1.2.44. Ściana czołowa elektronicznego zasilacza ERG (1 – wyświetlacz cyfrowy, 2 – przycisk przełącznika skali wskazań wyświetlacza z diodami wskaźnikowymi, 3 – przycisk przełącznika charakteru pracy zasilacza z diodami wskazującymi, 4 – przycisk włącznika inicjującego przepływ z diodą wskaźnikową, 5 – przycisk sposobu dochodzenia rzeczywistej wielkości do zadanej wartości przepływu z diodami wskaźnikowymi, 6 – przycisk przełącznika sterowania ręcznego (lub komputerowego) z diodami wskaźnikowymi, 7 – przycisk włącznika ogólnego „power”, 8 – potencjometr regulacji przepływu)

- 1) przełączeniu charakteru pracy przyrządu na sterowanie ręczne za pomocą przycisku (6),
- 2) wybraniu właściwej skali wyświetlacza przyciskiem; „ml/min; %” (2) (wyświetlacz może wskazywać przepływ gazu w cm^3/min lub w procentach maksymalnego zakresu pomiarowego, na jaki został wykonany regulator),
- 3) nastawieniu zadanej wielkości przepływu za pomocą wieloobrotowego potencjometru (8) – wartość nastawy należy kontrolować na wyświetlaczu (1),
- 4) zainicjowanie przepływu i stabilizacji zadanej wartości strumienia poprzez wciśnięcie przycisku „RUN” (4).

W przypadku dozowania do układu reakcyjnego jednego gazu zasilacz regulatora powinien być załączony jako niezależny (przycisk (3) w pozycji „master”). Jeżeli zachodzi konieczność zachowania stałego stosunku dwóch lub większej liczby gazów podawanych jednocześnie do reaktora (stałego składu mieszaniny reakcyjnej), stosuje się odpowiednio zwielokrotnioną liczbę regulatorów – jeden dla jednego gazu. Wtedy zasilacz jednego z regulatorów winien pracować w systemie jako niezależny – sterujący (przycisk (3) w pozycji „master”), zaś pozostałe – jako podporządkowane (przyciski (3) w pozycji „serf”).

Dozowanie gazów do reakcji chemicznych

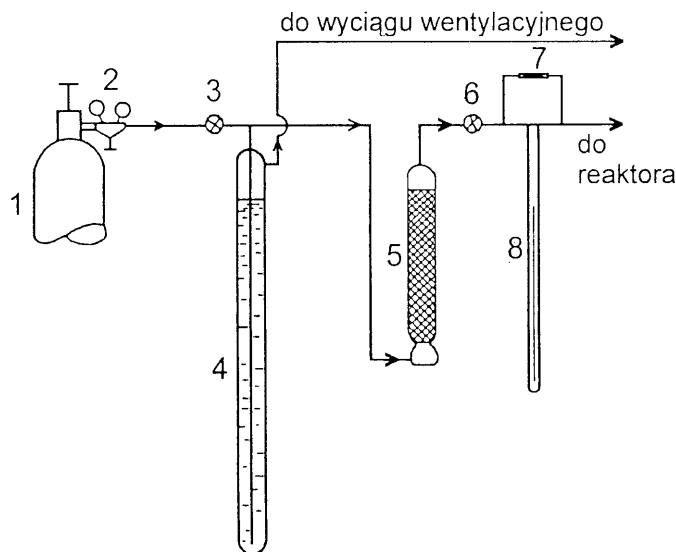
Układy dozowania reagentów do przestrzeni reakcyjnej stanowią istotny element każdej instalacji technologicznej. Można śmiało powiedzieć, że w większości przypadków układy przygotowania i dozowania reagentów dominują zarówno pod względem gabarytów, jak i w kosztach inwestycyjnych całej instalacji. Zapewnienie ciągłego strumienia substratów (surowców), zgodnego z założonymi parametrami procesowymi, jest warunkiem koniecznym do prawidłowego przebiegu każdej operacji czy procesu.

W warunkach laboratoryjnych zachowanie ciągłości strumienia reagentów realizuje się poprzez stosowanie zestawów regulacji i dozowania. Układ regulacji przepływu gazu z elektronicznym regulatorem masowego przepływu gazu przedstawiono na rysunku 1.2.43. Zastosowanie regulatora ERG znacznie upraszcza instalację dozowania – na drodze strumienia gazu pomiędzy reduktorem butlowym i reaktorem umieszcza się jedynie zespół regulatora.

W większości prac laboratoryjnych stosuje się układy ręcznej regulacji przepływu gazu. Zestaw taki przedstawiono na rysunku 1.2.45. W przypadku gdy zachodzi konieczność jednoczesnego dozowania do reakcji chemicznej więcej niż jednego reagenta gazowego, zestaw aparatury składa się z odpowiedniej liczby równoległych analogicznych układów dozowania wszystkich gazów. Gaz czerpany jest z butli (1) poprzez reduktor butlowy (2). Dalsza część zestawu składa się z zaworu wstępnej regulacji (3), manostatu (4), igłowego zaworu regulującego (6) i przepływomierza kapilarnego (8). Często w instalacji dozowania umieszcza się dodatkowo blok oczyszczania gazu, na przykład odtleniacz lub osuszacz (5).

Po redukcji ciśnienia butlowego w reduktorze (2) i ustaleniu odpowiedniego strumienia gazu zaworem wstępnej regulacji przepływu (3) gaz kieruje się do manostatu (4), stabilizującego i łagodzącego pulsacje ciśnienia gazu przed kapilarą przepływomierza. Gaz podawany jest do dalszej części instalacji pod ciśnieniem równoważnym wysokości słupa cieczy w manostacie. Jest to możliwe tylko wówczas, kiedy podczas pracy układu dozowania i regulacji przepływu gaz spokojnie „barbotuje” przez ciecz w manostacie.

Zawór regulujący (6) stanowi element wykonawczy układu dozowania i regulacji strumienia gazu – ruchem obrotowym pokrętki zaworu „w prawo” powiększamy szczelinę pomiędzy iglicą i gniazdem, zwiększając strumień gazu. Przepływomierz (fleometr) kapilarny (8) spełnia rolę czujnika (kapilara 7) i wskaźnika przepływu (rurka manometru różnicowego wypełniona cieczą).



Rysunek 1.2.45. Układ ręcznej regulacji przepływu gazu (1 – butla z gazem, 2 – butlowy zawór redukcyjny, 3 – zawór wstępnej regulacji, 4 – manostat, 5 – kolumna oczyszczająca gaz, 6 – zawór regulujący, 7 – kapilara przepływomierza, 8 – przepływomierz kapilarny)

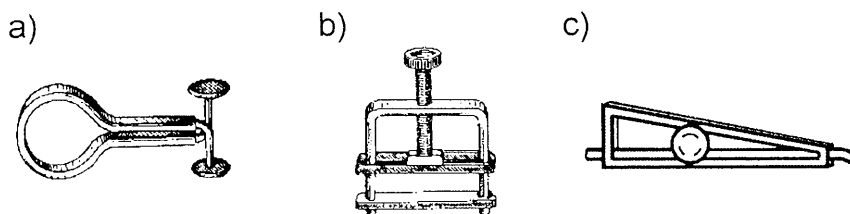
Uruchomienie układu dozowania i regulacji oraz dopuszczenie gazu do instalacji powinno nastąpić zgodnie z instrukcją i zachowaniem zasad bezpieczeństwa. Przed otwarciem zaworu butli należy się upewnić, czy wszystkie elementy zestawu dozującego pozostają w odpowiedniej pozycji – śruba nastawcza reduktora powinna być całkowicie wykręcona (luźna), zawór wyjściowy reduktora i zawory igłowe (3) i (6) – zamknięte, zaś krany odcinające znajdujące się ewentualnie w instalacji – w pozycjach zapewniających skierowanie strumienia gazu we właściwym kierunku.

Dozowanie ustalonego strumienia cieczy do reakcji chemicznych

Dozowanie cieczy do reakcji przebiegających w warunkach laboratoryjnych można realizować:

- 1) w układzie dozowania grawitacyjnego poprzez regulację strumienia za pomocą ściskacza laboratoryjnego,
- 2) wymuszając przepływ ustalonego strumienia cieczy za pomocą pompy,
- 3) poprzez dozowanie ustalonego strumienia cieczy w postaci pary (w strumieniu innego reagenta gazowego lub gazu obojętnego).

Najprostszym rozwiązaniem jest grawitacyjne dozowanie cieczy elastycznym węzłem ze zbiornika umieszczonego nad reaktorem. Regulację strumienia cieczy zapewnia odpowiednie ustawienie ściskacza laboratoryjnego (odpowiednie ściśnięcie węża). Powszechnie znane są i stosowane różne konstrukcje ściskaczy, na przykład ściskacze sprężynowe, śrubowe, klinowe (rysunek 1.2.46). Grawitacyjne rozwiązanie operacji dozowania cieczy ma



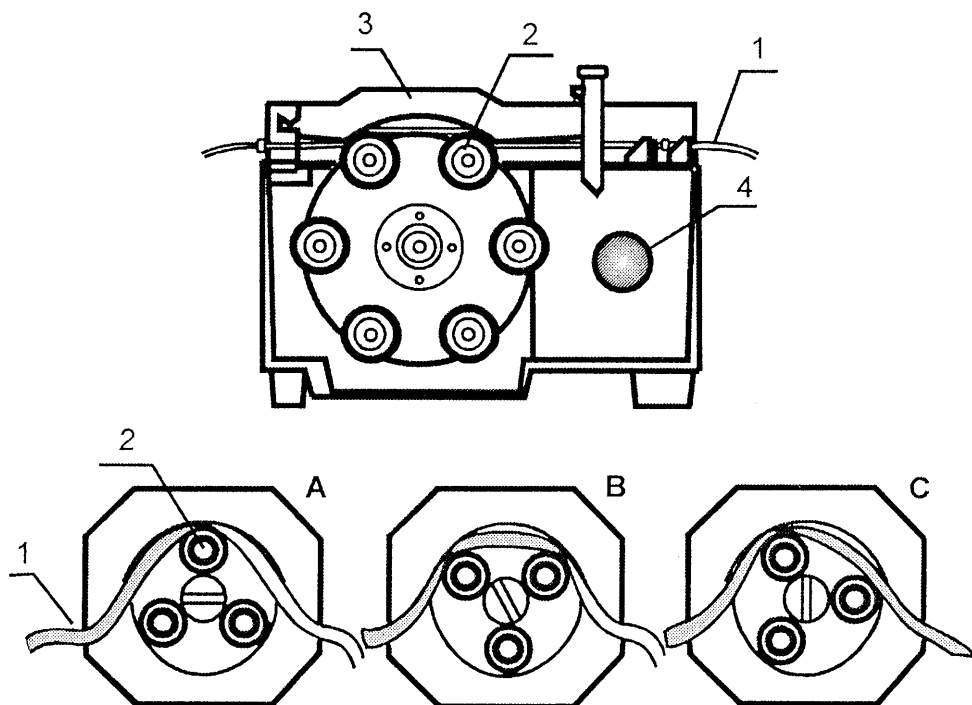
Rysunek 1.2.46. Ściskacze laboratoryjne (a – ściskacz sprężynowy, b – ściskacz śrubowy, c – ściskacz klinowy)

bardzo ograniczone zastosowania, przede wszystkim z uwagi na brak kontroli rzeczywistego przepływu płynu oraz silną zależność strumienia od wysokości słupa cieczy w zbiorniku naporowym.

Dozowanie cieczy za pomocą pompy

Do wymuszania przepływu i dozowania określonego strumienia cieczy do reakcji chemicznych lub operacji jednostkowych, realizowanych w warunkach laboratoryjnych, stosuje się pompy tłokowe lub perystaltyczne.

Pompa perystaltyczna (rysunek 1.2.47) pracuje na zasadzie przetłaczania płynu wewnątrz elastycznego przewodu (1) poprzez docisk za pomocą zespołu ruchomych rolek (2) i płyty dociskowej (3). Zasadę pracy pompy ilustrują kolejne fazy A, B i C na rysunku 1.2.47.



Rysunek 1.2.47. Schemat pompy perystaltycznej (1 – elastyczny przewód z cieczą, 2 – zespół rolek dociskowych, 3 – płyta dociskowa, 4 – przełącznik szybkości obrotów, A, B, C – kolejne fazy pracy pompy)

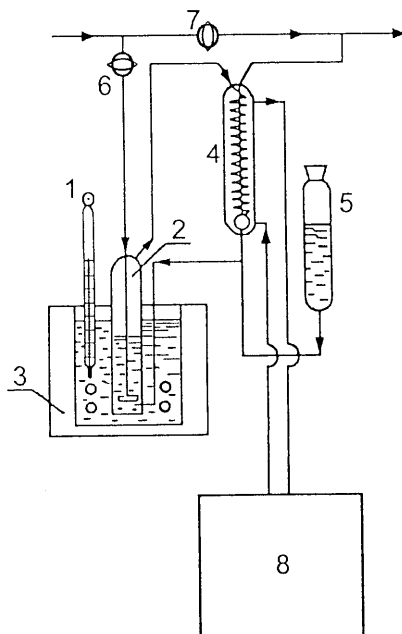
W technice laboratoryjnej stosuje się pompy jedno- i wielokanałowe. Zespół ruchomych rolek napędzany jest silnikiem elektrycznym poprzez przekładnię umożliwiającą regulację szybkości obrotów i wielkość dozowanego strumienia płynu. Przełącznik zakresów (4) umożliwia regulację szybkości obrotów. Układ napędowy pompy zapewnia równomierność przepływu w czasie przy minimalnej pulsacji ciśnienia dozowanej cieczy.

Pompa perystaltyczna przeznaczona jest w technice prac laboratoryjnych do dozowania różnego rodzaju płynów. Charakter dozowanego medium determinuje typ stosowanego przewodu elastycznego (odpowiedni materiał). Zaletą pompy jest fakt, że przetłaczany płyn nie styka się z innymi elementami konstrukcyjnymi urządzenia. Pompa może pracować zarówno w otwartych układach reakcyjnych, jak i w układach zamkniętych (z obiegiem zwrotnym).

Układ dozowania ustalonego strumienia cieczy z pompą składa się ze zbiornika naporowego (magazynowego) cieczy, pompy i zespołu rurociągów łączących poszczególne części instalacji. Pompę należy obsługiwać zgodnie z jej instrukcją, znajdującą się przy przyrządzie.

Dozowanie reagenta ciekłego w postaci pary

Układ dozowania par cieczy wraz z innym gazem przedstawiono na rysunku 1.2.48. Istota jego działania polega na kontrolowanym nasycaniu strumienia gazu parami cieczy. W jego skład wchodzi układ dozowania gazu (jak na rysunkach 1.2.43 lub 1.2.45) oraz zestaw odparowalnik (2) – nasycalnik (4) cieczy.



Rysunek 1.2.48. Układ dozowania ciekłego reagenta w postaci pary (1 – termometr, 2 – odparowalnik wypełniony dozowaną cieczą, 3 – łaźnia wodna, 4 – chłodnica–nasycalnik, 5 – zasobnik cieczy, 6, 7 – zespół odcinających kranów jednodrożnych, 8 – ultratermostat)

Odparowalnik wypełniony dozowaną cieczą jest ogrzewany w łaźni wodnej (3) lub bezpośrednio grzejnikiem elektrycznym do temperatury wyższej od temperatury zapewniającej żądane ciśnienie cząstkowe par cieczy w strumieniu gazu. Wejście gazu do odparowalnika zakończone jest spiekim szklanym lub barbotką umieszczoną przy dnie naczynia i doprowadzającą strumień gazu pod lustro cieczy. Kontrolę temperatury pracy odparowalnika zapewnia termometr (1). Odparowalnik (2) połączony jest z chłodnicą–nasycalnikiem (4), który jest termostatowany płaszczem z obiegiem wody z termostatu (8), zapewniającym temperaturę nasycalnika odpowiadającą żądanemu ciśnieniu cząstkowemu par cieczy. W celu nasycenia gazu parami cieczy kieruje się poprzez odpowiednie ustawienie kranów odcinających (6,7) ustalony strumień gazu do odparowalnika – w tym etapie gaz zostaje „przesycony” parami cieczy. Korekcja składu mieszaniny gaz–para cieczy do żądanego jej składu i wykroplenie nadmiaru par cieczy następuje w chłodnicy–nasycalniku.

Przygotowanie danych do sterowania układem dozowania polega na określeniu strumienia gazu i temperatury pracy nasycalnika.

Określenie wielkości przepływu gazu

Przy zadanych: strumieniu Q i składzie mieszaniny gaz–para cieczy (stosunku molowym gazu do reagenta ciekłego $s = n_g/n_c$), przepływ gazu Q_g należy obliczyć z zależności:

$$Q_g = Q \cdot \frac{s}{s+1} \quad (1.2.33)$$

gdzie: n_c – liczba moli par cieczy,
 n_g – liczba moli gazu,
 Q – całkowity strumień mieszaniny gaz–para cieczy [dm³/h],
 Q_g – strumień gazu w mieszaninie gaz–para cieczy [dm³/h].

Wskazania przepływomierza kapilarnego, odpowiadające obliczonemu strumieniowi gazu, określa się na podstawie krzywej kalibracji przepływomierza.

Określenie temperatury pracy nasycalnika

Celem uzyskania odpowiedniego strumienia par cieczy (gwarantującego założony skład mieszaniny gaz–para cieczy) nasycalnik należy utrzymywać w temperaturze zapewniającej żądane ciśnienie cząstkowe par cieczy w strumieniu mieszaniny gaz–para cieczy. Ciśnienie cząstkowe par cieczy w tej mieszaninie równe jest:

$$p_c = p_o \cdot \frac{I}{s + I} \quad (1.2.34)$$

gdzie: p_c – ciśnienie cząstkowe par cieczy w mieszaninie z gazem [Pa],
 p_o – całkowite ciśnienie mieszaniny reakcyjnej [Pa].
 Ciśnienie to jest równe sumie ciśnienia atmosferycznego (p_a) i ciśnienia równoważnego oporem przepływu. Celem uproszczenia obliczeń dla reakcji prowadzonych w warunkach ciśnienia „normalnego” można przyjmować, że równe jest ciśnieniu atmosferycznemu: $p_o = p_a$
 Q_c – strumień par cieczy w mieszaninie gaz–para cieczy [dm³/h],
 Q_g – strumień gazu w mieszaninie gaz–para cieczy [dm³/h].

Na podstawie tabelarycznej lub graficznej zależności ciśnienia pary nasyconej cieczy od temperatury można określić temperaturę, w której pary cieczy osiągają obliczoną wartość ciśnienia cząstkowego p_c i którą należy utrzymywać w chłodnicy–nasycalniku (4).

1.2.4. Opis ćwiczenia

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie ze sprzętem kontrolno-pomiarowym oraz zasadami pracy laboratoryjnej, umożliwiającej prowadzenie eksperymentów w warunkach dynamicznych, z udziałem operacji i procesów wymagających ciągłego strumienia reagentów gazowych i przebiegających w podwyższonych temperaturach. W szczególności ćwiczenie to służy opanowaniu techniki pomiarów temperatury i przepływu płynów oraz poznaniu metod kontroli i kalibracji sprzętu pomiarowego.

Zadania

1. Dokonać oceny połączeń elektrycznych oraz stanu bezpieczeństwa pracy z piecem elektrycznym.
2. Przeprowadzić charakterystykę laboratoryjnego pieca przepływowego:
 - a) określić dynamikę ogrzewania pieca przy zadanej wartości napięcia zasilania, wskazanego przez prowadzącego ćwiczenia,
 - b) określić rozkład temperatury wewnątrz reaktora umieszczonego w piecu, wzdłuż jego długości bez przepływu gazu.
3. Przeprowadzić kalibrację przepływomierza kapilarnego lub rotametry. Rodzaj przepływomierza i rodzaj gazu wskaże prowadzący ćwiczenia.

4. Określić rozkład (profil) temperatury wewnątrz reaktora umieszczonego w piecu wzdłuż jego długości przy zadanej wielkości przepływu wskazanego gazu.

Sprzęt

1. Zestaw doświadczalny obejmujący stałe elementy aparatury (patrz rysunki 1.2.49 i 1.2.50) oraz elementy do wyboru:
 - rotometr,
 - fleometr kapilarny,
 - fleometr pęcherzykowy,
 - licznik gazowy (gazomierz mokry).
2. Stoper
3. Kompensator techniczny
4. Omomierz z zespołem przewodów łączących.

Wykonanie ćwiczenia

Zadanie 1

Ocena stanu połączeń elektrycznych oraz bezpieczeństwa pracy powinna poprzedzać każdy eksperyment wykonywany z udziałem odbiorników elektrycznych. Postępując zgodnie z instrukcją użytkowania sprzętu, należy dokonać ogólnej oceny stanu wtyków, gniazd i przewodów oraz połączeń elektrycznych, a następnie przystąpić do kontroli pieca:

1. Sprawdzić, czy element grzejny pieca nie jest uszkodzony; za pomocą omomierza zmierzyć oporność elementu grzejnego pieca. Czynność tę wykonujemy poprzez połączenie końcówek omomierza z bolcami wtyczki przewodu zasilającego piec.
2. Sprawdzić, czy nie występują zwarcia (przebicia) elektryczne pomiędzy elementem grzejnym i obudową pieca. Postępując analogicznie do czynności poprzedniej, zmierzyć oporność obwodów:
 - obudowa pieca – pierwszy bolec wtyczki,
 - obudowa pieca – drugi bolec wtyczki,
 - obudowa pieca – przewód uziemiający.
3. Sporządzić raport, wpisując wyniki pomiarów do tabeli 1.2.5 i uzupełniając je komentarzem. Raport z komentarzem przedstawić prowadzącemu ćwiczenia.

Zadanie 2a

Określenie dynamiki ogrzewania pieca przy zadanej wartości napięcia zasilania:

1. Zmontować układ pomiarowy jak na rysunku 1.2.49:
 - umieścić termoparę (3) wskazaną przez prowadzącego ćwiczenia wewnątrz reaktora znajdującego się w piecu (2) w punkcie odpowiadającym środkowi jego długości, zaś jej końce, poprzez naczynie Dewara (6) (termostatowanie „zimnych końców” termopary), połączyć z kompensatorem (7); należy zwrócić uwagę na właściwe połączenie końcówek!
 - przygotować kompensator do pracy zgodnie z instrukcją jego obsługi, znajdującą się przy przyrządzie,
 - włączyć przewód zasilający piec do gniazda autotransformatora (8), sprawdzić położenie pokrętki nastaw autotransformatora (powinno pozostać w położeniu zerowym - „0”).

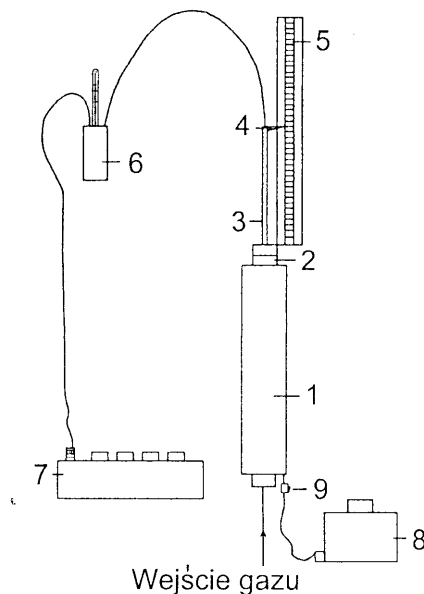
Tabela 1.2.5. Raport kontroli połączeń i stanu pieca

| Obwód pomiarowy | Oporność (Ω) |
|--|-----------------------|
| Element grzewczy pieca | |
| Obudowa pieca – pierwszy bolec wtyczki | |
| Obudowa pieca – drugi bolec wtyczki | |
| Obudowa pieca – miejsce uziemienia pieca | |

Ocena stanu pieca i bezpieczeństwa pracy:

.....

2. Włączyć autotransformator do sieci elektrycznej; ustawić wartość napięcia wskazaną przez prowadzącego ćwiczenia i w tej samej chwili włączyć sekundomierz.
3. Rejestrować temperaturę wewnątrz reaktora poprzez systematyczne określenie SEM termopary za pomocą kompensatora (początkowo co 2 minuty, zaś po 16 minutach co 5 minut, aż do ustalenia się temperatury. Tabele z wartościami SEM w zależności od temperatury dla termopary żelazo-konstantan i chromel-alumel znajdują się w „Dodatku” na końcu podręcznika oraz przy zestawie ćwiczeniowym. Określić rzeczywistą temperaturę w piecu, dodając do zmierzonych wartości różnicę pomiędzy temperaturą zimnych końców termopary panującą w naczyniu Dewara (6) i standardową, 0°C, dla jakiej przygotowano wspomniane tabele z „Dodatku”. Wyniki pomiarów umieścić w tabeli 1.2.6.
4. Sporządzić wykres zależności temperatury (t) pieca od czasu (τ) jego nagrzewania: $t = f(\tau)$.



Rysunek 1.2.49. Schemat zestawu do badania charakterystyki pieca reaktora przepływowego (1 – piec, 2 – przepływowy reaktor kwarcowy, 3 – termopara, 4 – wskaźnik położenia termopary, 5 – skala położenia termopary, 6 – naczynie Dewara (termos), 7 – kompensator, 8 – autotransformator, 9 – włącznik zasilania pieca)

Zadanie 2b

Do określenia rozkładu temperatury wzdłuż długości pieca reaktora przepływowego można przystąpić dopiero po zakończeniu zadania 2a, to jest po osiągnięciu stałej, niezmienniej w czasie temperatury w dowolnym punkcie pieca.

Tabela 1.2.6. Zestawienie wyników pomiarów temperatury pieca podczas nagrzewania

temperatura zimnych końców termopary:°C;

napięcie zasilania:V

| Czas pomiaru, minuty | | 0 | 2 | 4 | 6 | ... | ... | 16 | 21 | 26 | ... | ... |
|-------------------------|----|---|---|---|---|-----|-----|----|----|----|-----|-----|
| Temperatura z pomiaru | mV | | | | | | | | | | | |
| | °C | | | | | | | | | | | |
| Temperatura rzeczywista | °C | | | | | | | | | | | |

1. Nie zmieniając nastaw autotransformatora przesunąć końcówkę (spoinę) termopary do początku obudowy pieca i w około 30–60-sekundowych odstępach czasu dokonywać pomiarów temperatury, aż do ustalenia się mierzonej wartości SEM. Końcową wartość odczytać i zapisać w tabeli 1.2.7. Obliczyć rzeczywistą temperaturę jak w zadaniu 2a.
2. Przesunąć termoparę w nowe miejsce (o 2 cm w głąb pieca) i postępując jak poprzednio określić oraz zapisać temperaturę tego punktu w tabeli 1.2.7. Przy przesuwaniu termopary zwracać uwagę na skalę podziałki długości pieca (5) i wskaźnik (4) zamontowany do obudowy termopary (3).
3. Postępować analogicznie jak w punkcie 2, aż do określenia temperatury wzdłuż całej długości pieca.
4. Wykreślić zależność temperatury (t) od długości (l) pieca: $t = f(l)$.

Uwaga! Po wykonaniu zadania 2b nie wyłączać układu grzejnego, bowiem w tych samych warunkach zasilania pieca będzie wykonywane zadanie 4.

Tabela 1.2.7. Rozkład temperatury wewnątrz pieca (bez przepływu gazu)

temperatura zimnych końców termopary:°C;

napięcie zasilania:V

| Miejsce pomiaru (odległość od krawędzi pieca), cm | | 0 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 | 12 | ... | ... | ... | ... |
|---|----|---|---|---|---|---|----|----|-----|-----|-----|-----|
| Temperatura z pomiaru | mV | | | | | | | | | | | |
| | °C | | | | | | | | | | | |
| Temperatura rzeczywista | °C | | | | | | | | | | | |

Zadanie 3

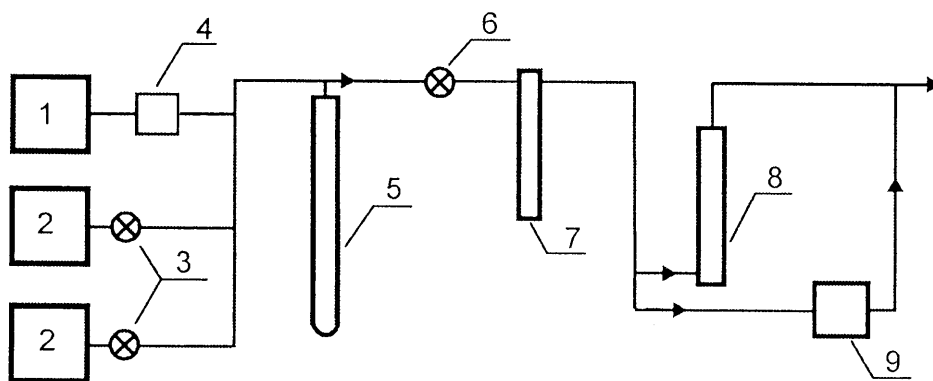
Kalibracja przepływomierza to zespół czynności służących wzorcowaniu tego przyrządu. Procedura kalibracji polega na określeniu zależności pomiędzy bezpośrednim wskazaniem przyrządu pomiarowego i wielkością strumienia gazu. W przypadku fleometru kapilarnego bezpośrednim wskazaniem jest różnica wysokości słupa cieczy w manometrze różnicowym, zaś w przypadku rotametu – wysokość uniesienia pływaka w rurze przyrządu.

Celem przeprowadzenia kalibracji przepływomierza (lub rotametu) należy:

1. Zestawić układ pomiarowy obejmujący:

- źródło gazu wskazanego przez prowadzącego ćwiczenia (powietrze z kompresora albo dwutlenek węgla, argon lub hel z butli),
- układ redukujący ciśnienie i dozujący gaz: reduktor butlowy (dla gazów z butli) lub stacyjka sterownicza (w przypadku powietrza ze sprężarki) oraz zawór igłowy regulacji wstępnej,
- manostat,
- igłowy zawór regulacji umożliwiający zmianę strumienia gazu,
- wzorcowany przepływomierz: fleometr kapilarny lub rotametr,
- przepływomierz kontrolny – fleometr pęcherzykowy lub mokry licznik gazowy; wybór przyrządu kontrolnego zależy od zakresu pomiarowego kalibrowanego sprzętu. Zastosowanie fleometru pęcherzykowego do pomiaru strumieni większych od $15 \text{ dm}^3/\text{h}$ obarczone jest już zbyt dużym błędem eksperymentalnym – wtedy bardziej odpowiednie jest użycie licznika.

Układ pomiarowy należy zestawić według schematu przedstawionego na rysunku 1.2.50, poprzez połączenie poszczególnych elementów za pomocą łączników i elastycznych węży.



Rysunek 1.2.50. Schemat układu do kalibracji przepływomierzy (1 – sprężarka (kompresor powietrza), 2 – butla gazowa z reduktorem, 3 – zawór wstępnej regulacji, 4 – stacyjka dozująca (sterownicza), 5 – manostat, 6 – zawór regulacyjny, 7 – kalibrowany przepływomierz (przepływomierz kapilarny lub rotametr), 8 – fleometr pęcherzykowy, 9 – licznik gazowy)

2. Doprowadzić gaz do instalacji pomiarowej – postępować zgodnie instrukcją właściwą dla źródła gazu (sprężarka powietrza lub butla z gazem sprężonym) oraz zasadami opisanymi w rozdziale 1.2.3.
3. Po ustaleniu, za pomocą zaworu (3) lub stacyjki (4), odpowiedniego przepływu gazu, tak aby przez manostat (5) przepływały jego niewielkie pęcherzyki, można przystąpić do kalibracji przepływomierza (7).
4. Ustalić za pomocą igłowego zaworu regulującego (6) strumień gazu odpowiadający założonej wysokości słupa cieczy w manometrze fleometru kapilarnego lub wysokości „uniesienia” pływaka rotametu. Gęstość punktów kalibracji przepływomierza, a tym samym „kroki” wychylenia wskaźnika (słupa cieczy lub pływaka) przepływomierza, określa prowadzący ćwiczenia.
5. Dokonać kontrolnego pomiaru przepływu gazu:

A. Za pomocą fleometru pęcherzykowego.

Wytworzyć pęcherzyk (przez podniesienie poziomu cieczy z detergentem powyżej wlotu gazu) i zmierzyć (przy pomocy sekundomierza) czas przepływu wytworzonej błonki pomiędzy kreskami fleometru określającymi znaną objętość, tym większą im większy jest strumień gazu. Czynność pomiaru należy wykonać co najmniej 5-krotnie,

kontrolując wskazania kalibrowanego przepływomierza i ewentualnie dokonując korekcji strumienia gazu. Do obliczeń przyjąć i wpisać w tabelę 1.2.8 średnią arytmetyczną z 5 wykonanych pomiarów.

B. Za pomocą licznika gazowego.

Mierzyć przy pomocy sekundomierza czas przepływu określonej objętości gazu (od 0,5 do 2 dm³ – tym większej im większy jest strumień gazu) obserwując ruch wskazówki licznika. Czynność wykonać co najmniej 5-krotnie, kontrolując wskazania kalibrowanego przepływomierza i ewentualnie dokonując korekcji strumienia gazu. Do obliczeń przyjąć i wpisać w tabelę 1.2.8 średnią arytmetyczną z 5 wykonanych pomiarów.

6. Powiększyć strumień gazu, odpowiednio podwyższając poziom ciśnienia różnicowego we fleometrze kapilarnym lub wysokość uniesienia pływaka rotametrów, do nowej, większej wartości. Po ustabilizowaniu przepływu, postępując jak poprzednio, dokonać kontrolnego pomiaru przepływu gazu. Wynik umieścić w tabeli 1.2.8.
7. Procedurę pomiarową opisaną w punktach 4–6 powtarzać aż do osiągnięcia górnego zakresu kalibrowanego przepływomierza.
8. Obliczyć szybkość przepływu gazu odpowiadającą kolejnym wskazaniom kalibrowanego przepływomierza, korzystając z równania (1.2.31):

$$Q = \frac{3,6 \cdot V}{\tau}$$

gdzie: Q – objętościowy strumień gazu [dm³/h],
 V – objętość pomiędzy dwoma wybranymi kreskami rury fleometru pęcherzykowego lub skali licznika gazowego [cm³],
 τ – czas migracji pęcherzyka pomiędzy dwoma wybranymi kreskami fleometru pęcherzykowego lub czas ruchu wskazówki pomiędzy dwoma wybranymi kreskami skali licznika gazowego [s].

9. Wyniki obliczeń umieścić w tabeli 1.2.8.

10. Wykreślić krzywą kalibracji przepływomierza:

– zależność strumienia gazu Q od ciśnienia różnicowego Δp , równoważnego różnicy wysokości słupa cieczy Δh w manometrze, fleometru kapilarnego: $Q = f(\Delta p)$

lub

– zależność strumienia gazu Q od wysokości uniesienia pływaka rotametrów (liczby jednostek na skali rotametrów – n): $Q = f(n)$.

Tabela 1.2.8. Zestawienie wyników kalibracji¹
do pomiaru przepływu²

| Różnicowe wychylenie przepływomierza [cm] lub ³ położenie pływaka rotametrów [n] | Objętość gazu [cm ³] | Czas przepływu ustalonej objętości gazu [s] | Strumień gazu Q [dm ³ /h] |
|---|----------------------------------|---|--|
| 0 | | | |
| | | | |
| | | | |

¹ – wpisać typ przepływomierza

² – wpisać rodzaj gazu

³ – wprowadzić właściwe dla kalibrowanego przepływomierza.

Uwaga. Zadanie 3 można wykonywać równoległe z zadaniem 2.

Zadanie 4

Do wykonania zadania 4 i określenia profilu temperatury w reaktorze wzdłuż długości pieca przy zadanym przepływie wybranego gazu można przystąpić dopiero po wykonaniu zadań 2 i 3.

Celem wykonania zadania należy:

1. Podłączyć wlot gazu (tego samego jaki używano w zadaniu 3) do reaktora umieszczonego w piecu. Po odłączeniu od wylotu wykalibrowanego przepływomierza (7) fleometru pęcherzykowego (8) i licznika (9), połączyć wąż wyprowadzający gaz z wykalibrowanego przepływomierza ((7) z rysunku 1.2.50) z wlotem do reaktora ((2) z rysunku 1.2.49).
2. Na podstawie sporządzonej krzywej kalibracji określić wskazania przepływomierza (różnicę poziomu cieczy fleometru kapilarnego lub wysokość uniesienia pływaka rotametru) odpowiadające zadanej przez prowadzącego ćwiczenia wartości strumienia gazu.
3. Ustalić przy pomocy zaworu igłowego (6) zadany przepływ gazu przez reaktor.
4. Postępując tak jak w zadaniu 2b, określić profil temperatury wewnątrz reaktora przy ustalonym przepływie gazu. Wyniki umieścić w tabeli 1.2.9.

Tabela 1.2.9. Rozkład temperatury wewnątrz pieca przy przepływie¹

temperatura zimnych końców termopary:°C;

napięcie zasilania:V

| Miejsce pomiaru (odległość od krawędzi pieca), cm | | 0 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 | 12 | ... | ... | ... | ... |
|---|----|---|---|---|---|---|----|----|-----|-----|-----|-----|
| Temperatura z pomiaru | MV | | | | | | | | | | | |
| | °C | | | | | | | | | | | |
| Temperatura rzeczywista | °C | | | | | | | | | | | |

¹ – podać rodzaj gazu i wielkość jego strumienia.

5. Wykreślić zależność temperatury (t) od długości (l) pieca: $t = f(l)$. Zależność tę wykreślić na tym samym rysunku, który wykonano w zadaniu 2b.
6. W sprawozdaniu z wykonanego ćwiczenia podać wnioski dotyczące otrzymanych wyników.

Literatura

1. Michalski L., Eckersdorf K., *Pomiary temperatury*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1986.
2. Strzelecki H. (Ed.), *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii fizycznej*, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk 1995.
3. Szymański E., *Ćwiczenia laboratoryjne z chemii fizycznej. Część pierwsza – aparatura pomiarowa*, Wydawnictwo Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin 1991.
4. Modzelewski M., Woliński J., *Pracownia chemiczna – technika laboratoryjna*, Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, Warszawa 1993.
5. Budniok A., *Chemia techniczna*, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice 1993.
6. Turkowski M., *Pomiary płynów*, Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1989.
7. Kabza Z., *Pomiary strumieni płynów*, Wydawnictwo Politechniki Opolskiej, Opole 1996.