

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ  
ÚSTAV PROCESNÍ A ZPRACOVATELSKÉ TECHNIKY

**Laboratorní elektrický kalorimetr**  
**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Malý** Jméno: **Martin** Osobní číslo: **423378**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávající katedra/ústav: **Ústav procesní a zpracovatelské techniky**  
Studijní program: **Strojní inženýrství**  
Studijní obor: **Procesní technika**

## II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

**Laboratorní elektrický kalorimetr**

Název diplomové práce anglicky:

**Laboratory electric calorimeter**

Pokyny pro vypracování:

Proveďte literární řešerši k problematice měření měrné tepelné kapacity kapalných látek, popište vhodné metody měření s ohledem na měření vlastností potravinářských látek, látek vyskytujících se v chemickém průmyslu, kalů, ..., tj. látka s rozličným chemickým složením a konzistencí. Navrhnete koncepční provedení laboratorního elektrického kalorimetru s ohledem na výše uvedené druhy látek s možností využití Dewarovy nádoby o objemu 1 l a dále s využitím vlastní nádoby o objemu měřené kapaliny 1 až 2 l. Rozpracujte konstrukční provedení elektrického kalorimetru instalovaného do Dewarovy nádoby do formy detailní výkresové dokumentace. Vyberte vhodné komponenty kalorimetru umožňující teplotní homogenizaci vsádky během jejího měření, dodávku tepla a měření potřebných veličin. Proveďte ověřovací měření vlastností vybraných modelových kapalin.

Seznam doporučené literatury:

Na základě provedené literární řešerše s využitím elektronických informačních zdrojů z <http://knihovny.cvut.cz/katalogy-a-databaze/prehled-databazi/katalog-informacnich-zdroju>.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

**Ing. Martin Dostál, Ph.D., ústav procesní a zpracovatelské techniky FS**

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **31.10.2019**

Termín odevzdání diplomové práce: **07.02.2020**

Platnost zadání diplomové práce: \_\_\_\_\_

Ing. Martin Dostál, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

prof. Ing. Tomáš Jirout, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.  
podpis děkana(ky)

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

## Anotační list

|                                 |   |
|---------------------------------|---|
| <b>Jméno autora:</b>            | Martin Malý   |
| <b>Název:</b>                   | Laboratorní elektrický kalorimetр   |
| <b>Anglický název:</b>          | Laboratory electric calorimeter   |
| <b>Akademický rok:</b>          | 2019/2020   |
| <b>Studijní program:</b>        | Strojní inženýrství   |
| <b>Studijní obor:</b>           | Procesní technika   |
| <b>Ústav:</b>                   | Ústav procesní a zpracovatelské techniky  |
| <b>Vedoucí diplomové práce:</b> | Ing. Martin Dostál, Ph.D.   |
| <b>Bibliografické údaje:</b>    | <p>počet stran: 54</p> <p>počet obrázků: 40</p> <p>počet rovnic: 64</p> <p>počet tabulek: 4</p> <p>počet příloh: 7, CD</p>  |
| <b>Klíčová slova:</b>           | elektrický kalorimetр, měrná tepelná kapacita, tepelná kapacita kalorimetru, vyhodnocení měření   |
| <b>Keywords:</b>                | electric calorimeter, specific heat capacity, heat capacity of the calorimeter, measurement evaluation  |
| <b>Anotace:</b>                 | Diplomová práce se zabývá rešerší kalorimetrických metod a typů kalorimetrů. Součástí práce je návrh geometrie kalorimetru včetně detailní výkresové dokumentace, podle které se kalorimetr vyrobil. V závěru práce bylo provedeno měření pro ověření funkčnosti zařízení.  |
| <b>Annotation:</b>              | This thesis deals with research of calorimetric methods and types of calorimeters. Part of the work is the design of the geometry of the calorimeter including detailed drawing documentation, according to which the calorimeter was produced. At the end of the work, measurements were made to verify the functionality of the device. |

Chtěl bych poděkovat celé své rodině za podporu při vypracovávání této práce. Dále bych chtěl poděkovat Bc. Svatoplukovi Sýkorovi, za pomoc při měření a přínosné rady k vypracování DP a v neposlední řadě nejbližším kamarádům ze "SPOKO" za chvíle odreagování.

Martin Malý

# Obsah

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1 Úvod</b>   | <b>6</b>  |
| <b>2 Literární rešerše</b>  | <b>9</b>  |
| 2.1 Kalorimetrie . . . . .  | 9         |
| 2.1.1 Adiabaticko - neizotermní kalorimetr ( $T(t) \neq \text{konst.}$ , $T_{ok} \neq \text{konst.}$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T = 0$ ) . . . . .          | 9         |
| 2.1.2 Adiabaticko - izotermní kalorimetr ( $T(t) = \text{konst.}$ , $T_{ok}(t) = \text{konst.}$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T = 0$ ) . . . . .               | 10        |
| 2.1.3 Izotermní - neadiabatický kalorimetr ( $T(t) = \text{konst.}$ , $T_{ok}(t) = \text{konst.}$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T = \text{konst.}$ ) . . . . . | 10        |
| 2.1.4 Izoperibolický kalorimetr ( $T(t) \neq \text{konst.}$ , $T_{ok}(t) = \text{konst.}$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T \neq 0$ ) . . . . .                  | 11        |
| 2.1.5 Neizotermní - neadiabatický kalorimetr ( $T(t) \neq \text{konst.}$ , $T_{ok}(t) \neq \text{konst.}$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T \neq 0$ ) . . . . .  | 11        |
| 2.2 Typy kalorimetrů . . . . .  | 11        |
| 2.2.1 Směšovací kalorimetr . . . . .  | 12        |
| 2.2.2 Elektrický kalorimetr . . . . .   | 13        |
| 2.2.3 Adiabatický kalorimetr . . . . .  | 14        |
| 2.2.4 Diferenciální skenovací kalorimetr . . . . .  | 15        |
| 2.2.5 Průtokový kalorimetr . . . . .  | 16        |
| 2.3 Procesy v elektrickém kalorimetru . . . . .   | 17        |
| 2.3.1 Míchání . . . . .   | 17        |
| 2.4 Metody vyhodnocování měření na elektrickém kalorimetru . . . . .  | 20        |
| 2.4.1 Analytické řešení . . . . .   | 20        |
| 2.4.2 Aproximativní řešení . . . . .  | 22        |
| 2.4.3 Grafické řešení . . . . .   | 23        |
| <b>3 Návrhová část</b>  | <b>25</b> |
| 3.1 Návrh 1 . . . . .   | 25        |
| 3.1.1 Izolovaná nádoba . . . . .  | 25        |
| 3.1.2 Míchací zařízení . . . . .  | 26        |
| 3.1.3 Víčko kalorimetru . . . . .   | 33        |
| 3.1.4 Vnitřní vestavba kalorimetru . . . . .  | 34        |
| 3.1.5 Měření a regulace . . . . .   | 35        |
| 3.1.6 Sestava kalorimetru . . . . .   | 36        |
| 3.2 Návrh 2 . . . . .   | 36        |
| 3.2.1 Izolovaná nádoba . . . . .  | 36        |
| 3.2.2 Míchací zařízení . . . . .  | 37        |
| 3.2.3 Víčko kalorimetru . . . . .   | 38        |
| 3.2.4 Vnitřní vestavba kalorimetru . . . . .  | 39        |
| 3.2.5 Měření a regulace . . . . .   | 39        |
| 3.2.6 Sestava kalorimetru . . . . .   | 39        |
| <b>4 Experimentální část</b>  | <b>40</b> |
| 4.1 Výroba zařízení . . . . .   | 40        |
| 4.2 Průběh měření . . . . .   | 41        |
| 4.3 Vyhodnocení měření . . . . .  | 41        |
| 4.4 Určení tepelné kapacity kalorimetru . . . . .   | 45        |
| <b>5 Závěr</b>  | <b>48</b> |

# 1 Úvod

Znalost termofyzikálních vlastností látek je důležitá v mnoha oborech. Ať už jde o navrhování procesních aparátů, energetických zařízení nebo třeba elektrotechniku, vždy je pro výpočty důležitá některá z těchto vlastností.

Tato diplomová práce je zaměřena na studium měrné tepelné kapacity kapalných látek, která se určuje pomocí kalorimetrických metod. Tepelnou kapacitu bychom mohli definovat tak, že pokud má být těleso o určité hmotnosti, teplotě, chemickém složení a vnitřní stavbě ohřáté na teplotu rozdílnou, je nutné mu dodat určité množství tepla. Toto množství, v případě, že chceme těleso ohřát o jeden kelvin, se nazývá tepelná kapacita  $C$  tělesa. Ta rozhoduje o tom, jaké množství tepla je látka schopna v sobě udržet a zároveň určuje rychlosť jejího ohřevu potažmo chladnutí. Například v případě kovů, je tepelná kapacita nízká a tak je možné je velice rychle ohřát. Toho je využíváno při tepelném zpracování kovů. Naopak většina kapalin má měrnou tepelnou kapacitu vysokou, a proto se často používají v zařízeních, kde je akumulace tepla podstatná (chladicí a topná zařízení).

Pro určení vztahů pro výpočet tepelné kapacity látek se používá popis práce, kterou vykoná ideální plyn za konstantního tlaku nebo konstantního objemu (při izobarickém či izochorickém ději). Pokud budeme uvažovat pouze uzavřený systém, lze napsat 1. větu termodynamickou:

$$dQ = dU - \partial W_{\text{obj}} = dU - pdV \quad (1)$$

kde  $Q$  je teplo,  $U$  je vnitřní energie,  $W_{\text{obj}}$  je objemová práce,  $p$  je tlak a  $V$  je objem. Budeme-li uvažovat izobarický děj, tedy případ, kdy je konstantní tlak, můžeme napsat vztah pro objemovou práci přijatou systémem jako:

$$W_{\text{obj}} = \int_{V_1}^{V_2} pdV = -p(V_2 - V_1) \quad (2)$$

Z tohoto zápisu vyplývá, že objemová práce při izobarickém ději nezávisí na cestě, kterou bylo docíleno koncového stavu, ale pouze na hodnotách objemu v počátečním a koncovém stavu. Lze tedy tvrdit, že při izobarickém ději je funkce  $dQ$  stavová. Aby bylo možné snadněji vyjádřit funkci  $dQ$ , zavádí se nová veličina  $H$  zvaná entalpie. Pomocí ní lze napsat vzorec

$$dQ_p = dH = dU + p dV. \quad (3)$$

Budeme-li tento výraz integrovat, dostaneme rovnici

$$Q_p = \Delta H = H_2 - H_1 = \Delta U + p \Delta V = U_2 - U_1 + p(V_2 - V_1) = (U_2 + pV_2) - (U_1 + pV_1) \quad (4)$$

V obecném tvaru lze tedy entalpii napsat jako:

$$H = U + pV \quad (5)$$

Pokud tedy chceme zjistit, jaké množství tepla je nutné do soustavy dostat, aby se její teplota při izobarickém ději zvýšila o  $dT$ , vyjdeme ze vzorce:

$$C = \left( \frac{dQ}{dT} \right)_p = \left( \frac{dH}{dT} \right)_p \quad (6)$$

kde  $C$  je tepelná kapacita látky a její jednotkou je joule na kelvin  $\text{JK}^{-1}$ . V případě, že tuto hodnotu vztáhneme na jednotku látkového množství, mluvíme pak o molární tepelné kapacitě při stálém tlaku  $C_p$  ( $\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ ). Je-li hodnota vztažena na jednotku hmotnosti látky, jedná se o měrnou tepelnou kapacitu při stálém tlaku  $c_p$  ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ). Pokud tedy vezmeme v úvahu tyto podmínky, lze napsat 1. větu termodynamická pro jeden mol látky ve tvaru:

$$\partial Q = dH = C_p dT \rightarrow dU = C_p dT - pdV \quad (7)$$

Z rovnice tedy vyplývá, že při izobarickém ději je změna entalpie závislá pouze na změně teploty a lze napsat rovnici

$$\Delta H = H_2 - H_1 = \int_{T_1}^{T_2} C_p dT. \quad (8)$$

V případě, že budeme tvrdit, že tepelná kapacita není závislá na teplotě  $C_p \neq f(T)$ , dostaneme po integraci vztah:

$$\Delta H = C_p (T_2 - T_1) \quad (9)$$

Obdobně jako u izobarického děje, lze tepelná kapacita určit pro děj izochorický. Tam vycházíme z podmínky, že  $dV = 0$ . Pak tedy přejde 1. věta termodynamická do tvaru

$$dQ_V = dU. \quad (10)$$

Z tohoto zápisu vyplývá, že veškeré teplo, které soustava pohltí, je přeměněno na zvýšení její vnitřní energie. Tím, že si soustava udržuje neustále stejný objem a nevykonává tak žádnou práci, projeví se příjem tepla pouze zvýšením teploty o  $dT$ . Pak tedy poměr diferenciálů  $(dU/dT)_V$ , který vztáhneme na jednotku látkového množství, nazýváme molární tepelná kapacita za konstantního objemu  $C_V$  ( $\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$ ). Vztáhneme-li poměr diferenciálů na jednotku hmotnosti, dostaneme měrnou tepelnou kapacitu za konstantního objemu  $c_V$  ( $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ ).

Pak lze tedy napsat 1. větu termodynamickou pro jeden mol ve tvaru:

$$dU = C_V dT \quad (11)$$

Z této rovnice je patrné, že při izochorickém ději je změna vnitřní energie závislá pouze na změně teploty:

$$\Delta U = U_2 - U_1 = \int_{T_1}^{T_2} C_V dT \quad (12)$$

Pokud bychom jsme stejně jako v případě izobarického děje zanedbali vliv teploty na tepelnou kapacitu  $C_V \neq f(T)$ , dostali bychom jsme vztah:

$$\Delta U = C_V (T_2 - T_1) \quad (13)$$

U pevných a kapalných látek se hodnoty měrné tepelné kapacity  $c_p$  a  $c_V$  příliž neliší, proto se v praxi na jejich rozdíl moc nehledí. Není tomu tak však u plyňů, kde naopak hodnoty  $c_p$  a  $c_V$  se značně liší. Co se týče poměru  $c_p$  a  $c_V$ , vždy bude vyšší nežli 1, neboť hodnota  $c_p$  nabývá vždy vyšších hodnot než  $c_V$ . To vychází z toho, že část dodaného tepla v případě izobarické změny je spotřebována ke konání práce na změnu objemu.

Na trhu existuje mnoho kalorimetru, které jsou vhodné pro široké spektrum látek a podmínek měření. Mohou to být laboratorní kalorimetry používané při výuce, sofistikovanější zařízení používaná v průmyslu nebo velice přesné kalorimetry používané pro vědecké účely na specializovaných pracovištích. Jednotlivé kalorimetry se neliší pouze specifikací použití pro některé látky, ale samozřejmě i v přesnosti měření, množství měřeného vzorku nebo rychlosť vyhodnocení samotného měření.

Má být navržen kalorimetr, který by byl vhodný pro měření kapalných látek běžně používaných v potravinářském, chemickém či farmaceutickém průmyslu. Tím, že látky bývají mnohdy značně heterogenní, většina běžně prodávaných kalorimetru, jako je například diferenciální skenovací kalorimetr, nejsou pro měření takovýchto látek vhodné, jelikož množství měřené látky bývá v řádech miligramů a vzorek by tak neobsahoval celé spektrum zastoupených látek. Z toho důvodu je nutné, aby se do kalorimetru vešlo takové množství látky, aby měl vzorek stejně složení, jako celek.

Vhodný se proto jeví elektrický kalorimetr, u nějž je možné mít kalorimetrickou nádobu v podstatě jakýchkoli rozměrů. Cílem tedy je navrhnut dva kalorimetry. Jeden za použití již zakoupené Dewarovy nádoby, do kterého by se mělo vejít přibližně 3 dcl kapaliny a druhý, jehož objem by byl kolem dvou litrů a nádoba by byla navržena včetně tepelné izolace.

## 2 Literární rešerše

### 2.1 Kalorimetrie

Kalorimetrie je experimentální vědní obor, který se zabývá měřením energie ve formě tepla. Za vhodných podmínek je možné kvantitativně převést určité druhy energie (elektrickou, chemickou, energii záření, ...) na teplo. Díky této skutečnosti je možné využívat kalorimetrické metody v nejrůznějších vědních oborech jako je chemie, fyzika, či biologie.

Kalorimetrie je jednou z nejstarších oblastí fyzikální chemie. Její původ je spojován s koncem 18. století a to se jmény Lavoisier a Laplace. Za dobu existence kalorimetrie bylo vyvinuto mnoho nových metod a byly zdokonaleny měřící techniky. V dnešní době se mnoho laboratoří po celém světě zabývá vývojem této vědní disciplíny a možnostmi její aplikace. Taktéž se mnoho společností zabývá výrobou kalorimetru.

Princip kalorimetrie vychází z toho, že teplo  $Q$ , které vzniklo přeměnou z jiného druhu energie se, určí podle změny teploty  $\Delta T$ . To popisuje vztah:

$$Q = C\Delta T \quad (14)$$

kde  $C$  je celková tepelná kapacita. Tato kapacita však není hodnotou tepelné kapacity pouze měřené látky. Část tepla totiž přejde do jednotlivých součástí kalorimetru, které mají také určitou tepelnou kapacitu  $C_c$ , a část tepla přechází do vnějšího prostředí vlivem rozdílných teplot uvnitř kalorimetru  $T$  a vně  $T_{ok}$ . Je nutné tedy kalorimetr kalibrovat, aby z měření vzešla požadovaná tepelná kapacita. Jednou z možností je kalibrace pomocí elektrického ohřevu.

Jak uvádí Zielenkiewicz a Margas (2006), lze kalorimetry rozdělit podle několika kritérií. Tím prvním je, zda-li dochází k výměně tepla mezi samotným kalorimetrem a jeho okolím  $\Delta T = T(t) - T_{ok}(t)$ . Druhým kritériem, které rozděluje jednotlivé kalorimetry, je vnitřní teplota kalorimetru  $T(t)$  a teplota okolí  $T_{ok}(t)$ . U nich se řeší, zda se jejich hodnota mění nebo zůstává konstantní.

#### 2.1.1 Adiabaticko - neizotermní kalorimetr ( $T(t) \neq \text{konst.}, T_{ok} \neq \text{konst.}; T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T = 0$ )

Adiabaticko - neizotermní kalorimetr je obvykle nazýván pouze jako adiabatický kalorimetr. Ten je z hlediska popisu fungování nejjednodušší. Obecně lze tvrdit, že adiabatický kalorimetr je kalorimetr, u něhož je snaha minimalizovat tepelný tok mezi kalorimetrickou nádobou a okolím (okolním štítem). Takovýto systém pak funguje jako integrační a lze jej popsat rovnicí:

$$C \frac{dT_V(t)}{dt} = P(t) \quad (15)$$

kde  $P(t)$  je funkce popisující akumulaci tepelné energie uvnitř kalorimetru a  $C$  je tepelná kapacita nádoby kalorimetru včetně jejího obsahu (vzorku). Vzhledem k tomu, že není možné dosáhnout dokonalé tepelné izolace, pro splnění adiabatických podmínek je nutné, aby byla neustále udržována stejná teplota štítu, jako vnitřní nádoby kalorimetru. Toto řízení nulového tepelného toku je charakteristickým znakem adiabatických kalorimetrů. Z tohoto důvodu lze definovat adiabatický kalorimetr jako kalorimetr, u něhož je teplota prvního tepelného štítu (obklopující kalorimetrickou nádobu) řízena teplotou uvnitř nádoby, tedy teplotou vzorku.(Rouquerol a Zielenkiewicz, 1986)

Jeden z prvních, kdo použil tuto metodu byl, Richards et al. (1905). V dnešní době je adiabatická kalorimetrie jednou z nejpřesnějších termálních metod, kterou lze používat v širokém rozsahu teplot, od velmi nízkých, blížících se absolutní nule až po vysoké teploty (2000 K). Vzhledem k širokému rozsahu teplot bývají tyto kalorimetry někdy ještě děleny na nízkoteplotní kalorimetrie, jenž zkonstruoval např. Stull

(1957). Tento adiabatický kalorimetru měl využití v rozsahu teplot od 5 do 330 K. Další nízkoteplotní kalorimetru pak navrhnul Fujimori a Oguni (1993), který ho použil ke zkoumání vlastností 2-bromthiofenu v rozmezí teplot 4 až 300 K nebo Bagatskii et al. (2011), který zkonstruoval adiabatický kalorimetru pro měření tepelné kapacity uhlíkatých nanomateriálů mezi teplotami 1 a 300 K. Další podskupinou jsou kalorimetry pracující při pokojové teplotě. Privalov et al. (1975) vyrobil automatický diferenciální ske-novací kalorimetru, který bylo možné použít v rozmezí teplot 273 až 373 K a byl především určen pro studium tepelných vlastností kapalin a především zředěných roztoků polymerů. Poslední podskupinou jsou kalorimetry vysokoteplotní, který navrhnul např. West a Ginnings (1958).

### **2.1.2 Adiabaticko - izotermní kalorimetru ( $T(t) = konst.$ , $T_{ok}(t) = konst.$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T = 0$ )**

Adiabatické - izotermní kalorimetry, též často nazývány pouze izotermní, jsou kalorimetry, kde stejně jako v případě adiabatických kalorimetrů nedochází k výměně tepla mezi nádobou kalorimetru a okolím  $\Delta T = 0$ . Na rozdíl od nich však teplota uvnitř a vně kalorimetru zůstává konstantní  $T = T_{ok} = konst..$  To zapříčiní, že levá strana rovnice (15) bude rovna 0 a rovnice tak přejde do tvaru

$$P(t) = 0. \quad (16)$$

Tato rovnice jde zároveň přepsat do tvaru

$$P(t) = P_1(t) + P_2(t) = 0, \quad (17)$$

kde  $P_1(t)$  je studovaná tepelná energie a  $P_2(t)$  je kompenzační tepelná energie.

Jeden z nejznámějších kalorimetrů tohoto typu je od Lavoisiera a Laplace, který fungoval na měření hmotnosti roztaveného ledu. Dále pak Bunsenův kalorimetru, u kterého se množství tepla určovalo ze změny objemu směsi ledu a vody způsobené táním ledu. Tento typ kalorimetru posléze vylepšil Jes-sup (1955). Místo ledu zde použil difenyleter. Ve všech zmíněných případech jsou výsledky určovány ze změny množství měřené látky, které jsou zapříčiněny fázovou změnou. Je však velmi obtížné (nemožné), docílit takových podmínek, které by odpovídaly termodynamické rovnováze. Pokrok ve vývoji adiabaticko-izotermních kalorimetrů přišel až s využitím Peltierova a Jouleova efektu ke kompenzaci vytvořené te-pelné energie. (Zielenkiewicz a Margas, 2006)

### **2.1.3 Izotermní - neadiabatický kalorimetru ( $T(t) = konst.$ , $T_{ok}(t) = konst.$ ; $T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T = konst.$ )**

Tento typ kalorimetru pracuje při izotermních podmínkách, tedy teplota uvnitř nádoby kalorimetru  $T(t)$  zůstává konstantní. Lze jej popsat rovnicí:

$$G\Delta T = P(t) \quad (18)$$

Aby bylo možné stanovit tepelný efekt tohoto kalorimetru, vychází se z předpokladu, že:

$$P(t) = P_1(t) + P_2(t) = G\Delta T \quad (19)$$

kde  $P_1(t)$  je tepelná energie generovaná v průběhu měření a  $P_2(t)$  je kompenzační tepelná energie, která je dodávána do procesu tak, aby byly neustále udržovány izotermní podmínky.

Tento typ kalorimetru použil např. Hansen et al. (1982). Tento bateriový kalorimetru byl zkonstruován pro měření vznikající tepelné energie u lithium-aluminium/železo sulfidových bateriových článků. Teplotní rozsah kalorimetru byl 400 – 500 °C a rozsah měřeného tepelného toku byl od 1 mW do 50 W.

#### 2.1.4 Izoperibolický kalorimetr ( $T(t) \neq \text{konst.}, T_{ok}(t) = \text{konst.}; T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T \neq 0$ )

V případě izoperibolických kalorimetrů dochází ke změně teploty uvnitř kalorimetrické nádoby  $T(t) \neq \text{konst.}$ , ale teplota okolí zůstává neměnná  $T_{ok}(t) = \text{konst.}$ . Z hlediska termodynamiky a přestupu tepla zde dochází k částečné akumulaci tepla uvnitř kalorimetrické nádoby a část tepla odchází do okolí. To lze popsat rovnicí:

$$C \frac{dT_V(t)}{dt} + G\Delta T(t) = P(t) \quad (20)$$

kde  $\Delta T$  je rozdíl teplot mezi kalorimetrickou nádobou a okolím. Parametr, který popisuje dynamické chování systému se nazývá časová konstanta a je vyjádřen jako  $\tau = C/G$ . (Rouquerol a Zielenkiewicz, 1986) Tyto druhy kalorimetrů mají různé konstrukční upříslbení a využívají se pro různé aplikace. Podle Zielenkiewicz a Margas (2006) je lze rozdělit na

- a. Kalorimetry s Dewarovou nádobou
- b. Kalorimetry s pláštěm naplněným vodou nebo vzduchem
- c. Vysokoteplotní kalorimetrie
- d. Konduktivní kalorimetrie a kalorimetrie s tepelným tokem
- e. Kalorimetrie, kde se generované teplo přenáší do kapaliny proudící okolo vnějšího povrchu kalorimetrické nádoby
- f. AC kalorimetrie, používané pro měření tepelné kapacity v oblasti fázového přechodu

#### 2.1.5 Neizotermní - neadiabatický kalorimetr ( $T(t) \neq \text{konst.}, T_{ok}(t) \neq \text{konst.}; T(t) - T_{ok}(t) = \Delta T \neq 0$ )

Pro uzavřený systém lze tento typ kalorimetru popsat rovnicí:

$$C \frac{dT(t)}{dt} + G(T(t) - T_0(t)) = P(t) \quad (21)$$

Obvykle teplota roste lineárně a lze jí tak popsat rovnicí:

$$y(t) = at \quad (22)$$

Existuje několik zařízení pro tepelnou analýzu, kde lze rovnici (21) ve zjednodušené podobě považovat za matematický model. U těchto zařízení se pozoruje změna teploty vzorku způsobená nucenou funkcí generovanou na štitu kalorimetru. Mezi takováto zařízení patří zařízení pro stanovení topné a chladící křivky, diferenciální termická analýza, zařízení pro měření teplotního rozdílu mezi studovaným vzorkem a známou látkou, diferenciální skenovací kalorimetrie tepelného toku nebo modulované teplotní diferenciální kalorimetrie.(Zielenkiewicz a Margas, 2006)

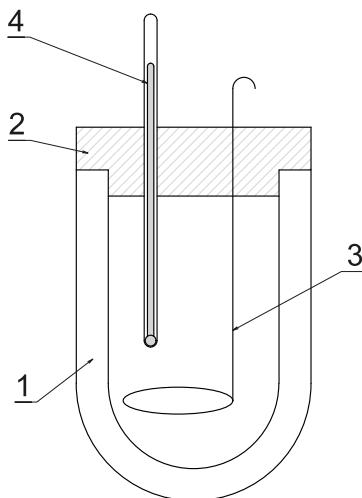
## 2.2 Typy kalorimetrů

Existuje nepřeberné množství kalorimetrů a každý autor rozděluje kalorimetrie podle odlišných kritérií. Názvy jako nízkoteplotní kalorimetrum, vysokoteplotní kalorimetrum nebo vysokotlaký kalorimetrum vycházejí z teplotních a tlakových podmínek, které nastávají při měření. V některých případech je název spojován s druhem tepla, které nás v procesu zajímá: kalorimetrum pro směšovací teplo, odpařovací teplo, měrné teplo a další. Mnohdy také název kalorimetru vypovídá o jeho konstrukčním uspořádání. Může to být labyrintový kalorimetrum, kalorimetrická bomba, průtokový kalorimetrum a jiné. U některých zařízení je zase název

spojován s osobou, jenž kalorimetr zkonstruovala. Existuje tedy Lavoisierův kalorimetr, Laplaceův kalorimetr, Bunsenův kalorimetr nebo Junkersův kalorimetr (Zielenkiewicz a Margas, 2006). Často jsou v názvu podmínky, při kterých měření probíhá, proto nejsou výjimkou kalorimetry adiabatické, isoperibolické nebo izotermní (2.2).

### 2.2.1 Směšovací kalorimetr

Asi nejjednodušším typem kalorimetru je kalorimetr směšovací. Jeho princip je postaven na tom, že látce, u níž chceme zjistit měrnou tepelnou kapacitu, dodáme nebo odebereme teplo jinou látkou, u níž měrnou tepelnou kapacitu známe. Jako kalorimetrická nádoba je často používaná Dewarova nádoba, jelikož dobře snižuje ztráty tepla do okolí. Dále se kalorimetr skládá z víčka z dobré izolujícího materiálu, míchadlem a teploměrem viz obrázek 1. Při měření se do kalorimetru nalije určité množství látky, jejíž měrnou tepelnou kapacitu  $c_1$  známe (často voda) o hmotnosti  $m_1$  a teplotě  $T_1$ . Po přidání druhé látky o hmotnosti  $m_2$  a teplotě  $T_2$ , jejíž měrnou tepelnou kapacitu  $c_2$  chceme stanovit, dojde k výměně tepla mezi oběma látkami a teplota směsi se ustálí na teplotě  $t$ .



Obrázek 1: Směšovací kalorimetr: 1 - Dewarova nádoba, 2 - víčko, 3 - míchadlo, 4 - teploměr

Samotný proces pak lze popsat kalorimetrickou rovnicí ve tvaru:

$$m_2 c_2 (T_2 - T) = (m_1 c_1 + V_k) (T - T_1) \quad (23)$$

kde  $V_k$  je tepelná kapacita kalorimetru a je dána vztahem:

$$V_k = \sum m_i c_i \quad (24)$$

v němž  $m_i$  určuje hmotnost kalorimetru a zbylých jeho součástí a  $c_i$  střední hodnoty jejich měrných tepelných kapacit. Nejde tedy pouze o tepelnou kapacitu kalorimetru, ale i o tepelnou kapacitu víčka, míchadla i teploměru. Tato tepelná kapacita se většinou určuje experimentálně, za použití vody, která se přidává postupně ve dvou množstvích  $m_1$  a  $m_2$ , při rozdílných teplotách  $T_1$  a  $T_2$  a s měrnou tepelnou kapacitou  $c$ . Po ustálení teploty směsi (i kalorimetru) lze vyjádřit hodnotu tepelné kapacity kalorimetru jako:

$$V_k = \frac{m_2 (T_2 - T) - m_1 (T - T_2)}{T - T_1} c \quad (25)$$

Díky použití vody při stanovení tepelné kapacity kalorimetru se někdy této hodnotě říká vodná hodnota kalorimetru.(Brož, 1983)

### 2.2.2 Elektrický kalorimetr

Elektrický kalorimetr se používá pro měření tepelné kapacity jak kapalných, tak i pevných látkek. Na rozdíl od směšovacího kalorimetru, u kterého se hodnota tepelné kapacity určuje pouze relativně vzhledem k jiné látce, se u elektrického kalorimetru hodnota dopočítává absolutně.

Samotný kalorimetr se skládá z dobře izolované nádoby (Dewarova), víčka, míchadla, teploměru a elektrické topné spirály. Z hodnoty elektrického proudu  $I$  protékajícího topnou spirálou, z napětí  $U$  na spirále a doby  $t$ , po kterou spirálou protéká proud, lze určit množství tepla  $Q$  dodané kalorimetru dle vztahu:

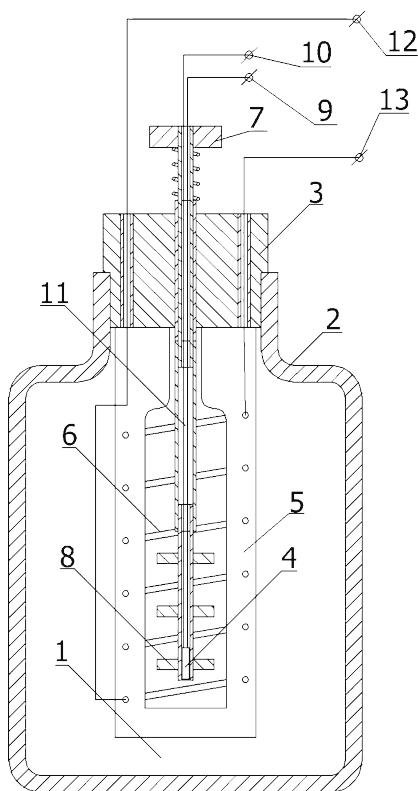
$$Q = U I t \quad (26)$$

V případě, že nebudeme uvažovat tepelné ztráty mezi kalorimetrem a okolím, můžeme popsat energetickou výměnu mezi topnou spirálou a kalorimetrem (včetně vzorku) jako:

$$(m c + V_k) (T - T_1) = U I t \quad (27)$$

kde  $m$  je hmotnost vzorku,  $c$  je měrná tepelná kapacita vzorku,  $K$  je tepelná kapacita vlastního kalorimetru,  $T$  je výsledná teplota a  $T_1$  je teplota na počátku měření.

Tento typ kalorimetru použil např. Prałat (2015) pro měření měrné tepelné kapacity vodného roztoku sodné soli karboxymetylcelulózy. Kromě samotného kalorimetru viz obrázek 2 použil také napájecí zdroj, ampérmetr, voltmetr a ohmmetr. Jako modelové kapaliny použil vodu, olej a glycerin a výsledky z měření těchto láttek následně porovnal s hodnotami v literatuře. Odchylka u jednotlivých láttek se pohybovala v rozmezí 1 až 2 % viz tabulka 1 .



Obrázek 2: Schéma elektrického kalorimetru (Prałat, 2015): 1 - zkoumaná látka, 2 - kalorimetrická nádoba, 3 - izolační víčko, 4 - čtyři senzory Pt-100, 5 - nosič topné spirály, 6 - topná spirála, 7 - míchadlo, 8 - lopatky míchadla, 9-10 - vodiče pro měření odporu, 11 - izolační trubka, 12-13 - napájení topné spirály

Tabulka 1: Srovnání naměřených hodnot měrné tepelné kapacity  $c_e$  s daty z literatury  $c_{lit}$  v teplotním rozsahu 298 – 325 K (Praťat, 2015).

| Látka    | $c_{lit}(\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1})$ | $c_e(\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1})$ | Chyba (%) |
|----------|---|---------------------------------------|-----------|
| Voda     | 4190                                      | 4234                                  | 1,04      |
| Olej     | 1900                                      | 1938                                  | 1,96      |
| Glycerin | 2430                                      | 2475                                  | 1,85      |

### 2.2.3 Adiabatický kalorimetrum

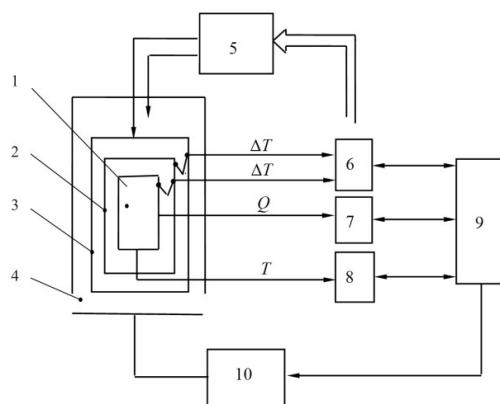
Adiabatický kalorimetrum je jeden z nejpřesnějších typů kalorimetru. Lze dosáhnout nepřesnosti měření nižší nežli 0,1 %. Klasicky se adiabatický kalorimetrum skládá ze tří hlavních částí: vnitřní válcová část obklopená systémem adiabatických štíťů a pece.

Vnitřní část kalorimetru se skládá z kelímku na vzorek, teploměru, topného tělesa a vnitřního radiačního štítu. Aby bylo možné dosáhnout vysokých přesností měření, používají se, na rozdíl od jiných kalorimetru, k měření teploty platinové odporové teploměry, které měří s přesností až 1 mK. Pro udržení adiabatických podmínek měření je vnitřní část obklopena adiabatickým štítem, vyhřívanými na teplotu vzorku (vnitřní části). Pro správné řízení adiabatických podmínek a zajištění dostatečné teplotní homogenity, jsou kolem adiabatického štítu soustředně uspořádány ochranné a radiační štíty. Vnější část adiabatického kalorimetru je pec (nebo kryostat) a vnější kryt, umožňující měření ve vákuu nebo při řízeném průtoku inertního plynu. Aby byly teplotní ztráty co nejmenší, je nutné, aby konstrukční materiál kalorimetru měl co nejvyšší tepelnou vodivost a nízkou emisivitu v infračervené oblasti.

Princip měření na adiabatickém kalorimetru spočívá v tom, že vzorku je dodáváno známé množství tepla, díky němuž dojde k nárůstu teploty. Při měření se periodicky střídají fáze, kdy se vzorek ohřívá a fáze rovnovážná. Při adiabatických podmínkách se přírůstek entalpie rovná dodávanému teplu, které lze snadno určit z elektrické energie  $P_{el}$  a doby ohřevu  $t$ . Pak tedy lze pro stanovení měrné tepelné kapacity použít vztah:

$$c_p = \frac{Q}{m \Delta T} = \frac{P_{el} t}{m \Delta T} \quad (28)$$

Při měření na adiabatickém kalorimetru dochází k drobným tepelným ztrátám. Ty lze stanovit a opravit dalším experimentem. Proto se první měření provádí bez vzorku, aby se určila tepelná kapacita samotného kalorimetru. Pokud je adiabatický kalorimetrum dobře navržen, jsou tepelné ztráty stejné pro měření se vzorkem a bez něj. Proto je měření bez vzorku často používáno jako základ pro korekce zbývajících tepelných ztrát.(Czichos et al., 2011)



Obrázek 3: Blokové schéma adiabatického kalorimetru. 1-kelímek na vzorek; 2-vnitřní adiabatický štít; 3-vnější adiabatický štít; 4-vakuovaná nádoba; 5-regulátor křemíku; 6-regulátor teploty; 7-jednotka sběru dat; 8-digitální voltmetr a ohmmetr; 9-počítač; 10-čerpadlo (Czichos et al., 2011)

## 2.2.4 Diferenciální skenovací kalorimetr

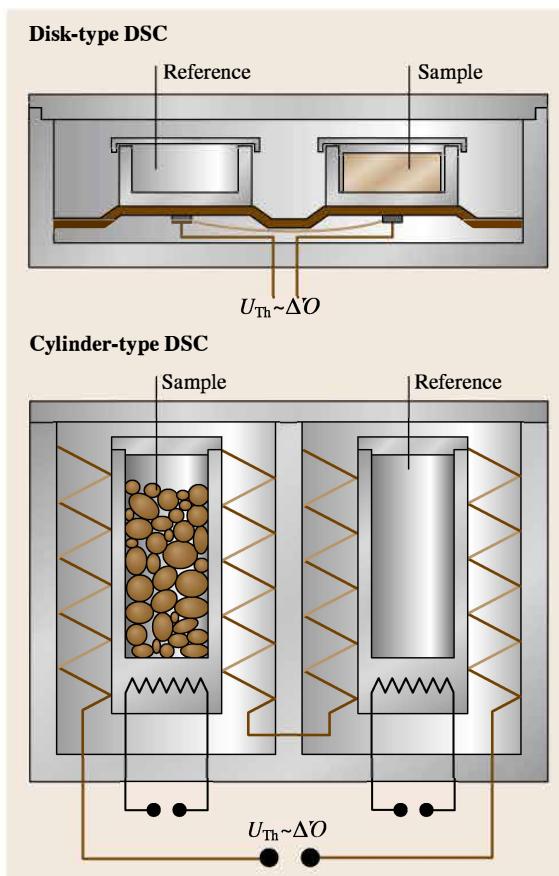
Diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) je metoda termické analýzy, která se používá pro měření tepelné kapacity, teplot fázových přeměn, stanovení čistoty materiálu nebo kinetiky různých procesů. (Zielenkiewicz a Margas, 2006) Jak už název napovídá, princip metody je v porovnávání toku tepla do studovaného vzorku a do vzorku referenčního. Množství pohlceného tepla se pak projeví na změně teploty. Diferenciální skenovací kalorimetrie můžeme rozdělit na dva typy:

### a) DSC s tepelným tokem

U tohoto typu DSC kalorimetru jsou měřený i referenční vzorek umístěny v jedné kalorimetrické cele. Oba vzorky mají vlastní teplotní čidlo, díky nimž lze určit teplotní rozdíl mezi oběma vzorky. Změny, které jsou způsobeny endotermním nebo exotermním dějem, jsou zaznamenávány jako tepelný tok z nebo do vzorku a je považován za úměrný rozdílu teplot. Z konstrukčního hlediska existují dva typy tohoto kalorimetru.

Diskový typ DSC se skládá ze dvou kelímek umístěných na disku z vhodného materiálu. Rozdíl teplot mezi referenčním a měřeným vzorkem je zajištěn integrovanými teplotními senzory v disku nebo na povrchu disku.

Druhým typem je cylindrický typ DSC, který se skládá z pece, v níž jsou umístěny dva válcové kelímky pro měřený a referenční vzorek. Senzory pro měření teploty jsou umístěny mezi kelímky a vnitřní stěnou pece. Diferenciální zapojení termočlánků umožňuje měřit rozdíl mezi měřeným a referenčním vzorkem.



Obrázek 4: Diskový a cylindrický typ DSC (Czichos et al., 2011)

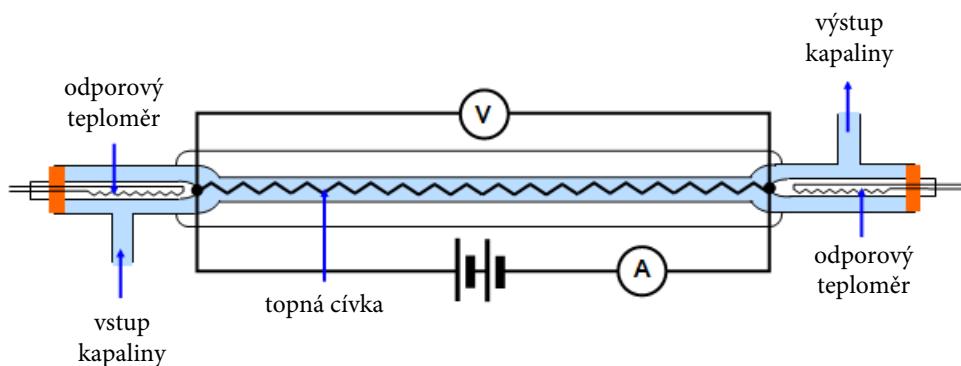
### b) DSC s kompenzací příkonu

V případě DSC s kompenzací příkonu jsou oba kelímky (na měřený i referenční vzorek) umístěny v samostatných celách s vlastními tepelnými zdroji. Oběma vzorkům je ze začátku dodáváno stejné množství

tepla. V případě, že vznikne teplotní rozdíl, mezi měřeným a referenčním vzorkem, začne být kompenzován změnou tepelného výkonu dodávaného do jedné z cel. Zkoumanou veličinou tak je elektrický príkon, který je potřebný k udržení stejné teploty obou vzorků. Výstupem je tedy přímo tepelný tok potřebný ke kompenzaci teplot jako funkce teploty nebo času.

### 2.2.5 Průtokový kalorimetrum

Tento typ kalorimetru byl poprvé použit v roce 1902 Calenderem a Barnesem. Jak je znázorněno na obrázku 5, kapalina vstupuje do kalorimetru konstantní rychlosťí kolem teploměru. Dále prochází kolem topné cívky, která kapalinu ohřívá a ven z kalorimetru opět okolo teploměru, který měří teplotu na výstupu. Po nastavení vhodných parametrů, jako je průtok nebo výkon topné spirály se počká, než kalorimetr dosáhne ustáleného stavu. Vhodný rozdíl teplot na vstupu a na výstupu je okolo  $5^{\circ}\text{C}$ . Aby byly tepelné ztráty co nejmenší, je topná cívka obklopena vakuovým pláštěm. Tepelný výkon topné cívky se vypočítá stejně jako u elektrického kalorimetru podle rovnice (26).



Obrázek 5: Schéma průtokového kalorimetru

Výhodou tohoto kalorimetru je, že není nutné kompenzovat tepelné ztráty. Abychom určili měrnou tepelnou kapacitu protékající látky, je nutné provést dvě měření. Při prvním měření se nastaví parametry průtoku a tepelného výkonu tak, aby rozdíl vstupní a výstupní teploty byl takový, jaký požadujeme. Pro ustálený stav pak lze napsat rovnici

$$Q_1 = U_1 I_1 t_1 = m_1 c (T_2 - T_1) + Q_z . \quad (29)$$

Pro druhé měření nastavíme parametry tak, aby hodnoty vstupní a výstupní teploty byly stejné jako při prvním měření. Tím budou stejné i tepelné ztráty. Pro druhé měření tedy vznikne vztah

$$Q_2 = U_2 I_2 t_1 = m_2 c (T_2 - T_1) + Q_z . \quad (30)$$

Pro eliminaci tepelných ztrát od sebe obě rovnice odečteme a po vyjádření  $c$  dostaneme výsledný vztah

$$c = \frac{Q_2 - Q_1}{(m_2 - m_1) (T_2 - T_1)} . \quad (31)$$

Tento typ kalorimetru se používá též k měření měrných tepelných kapacit plynů, jak ho použil např. Gruzdev a Shumskaya (1967) pro měření měrné tepelné kapacity vzduchu a oxidu uhličitého.

## 2.3 Procesy v elektrickém kalorimetru

### 2.3.1 Míchání

Aby bylo měření měrné tepelné kapacity v elektrickém kalorimetru přesné, je nutné docílit homogenity složení a teploty. K tomu se využívá proces míchání.

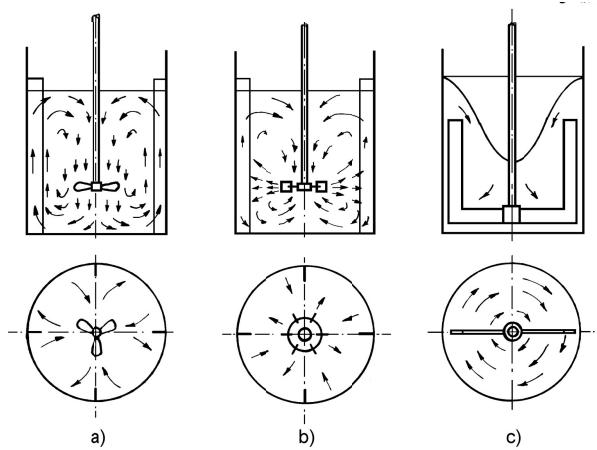
Jak popisuje Rieger et al. (2005), míchání se využívá pro intenzifikaci procesů přenosu tepla a hmoty a přípravu suspenzí či emulzí. Nejčastěji se setkáme s mechanickým mícháním, kde dochází k nucenému proudění v nádobě díky mechanickému míchadlu. Obvykle se používají rotační míchadla, výjimkou jsou míchadla vibrační. Dalším způsobem míchání je míchání pneumatické, u něhož dochází k mísení kapaliny díky přiváděnému plynu, který je distribuován do vsádky ve formě bublin. Posledním způsobem míchání látky v nádobě je hydraulické míchání. Zde se využívají ponořené trysky, z nichž vycházející proud strhává okolní kapalinu, čímž dochází k promíchávání. Mimo míchání v nádobě lze též směšovat látky v potrubí. Pro intenzifikaci tohoto typu míchání se používají statické směšovače.

#### Typy rotačních míchadel

Existuje nepřeberné množství mechanických rotačních míchadel, které lze dělit podle několika kritérií. Podle rychlosti otáčení je lze rozdělit na:

- Pomaluběžná míchadla – u pomaluběžných míchadel, jak už název napovídá, se používá menší rychlosť otáčení. Dále bývá obvyklé, že poměr průměru nádoby  $T_n$  k průměru míchadla  $d$  bývá menší ( $T/d \leq 2$ ). Díky tomu nebývá zpravidla nádoba opatřena svislými narážkami. Jako příklad těchto míchadel lze uvést kotvové míchadlo, šroubové míchadlo nebo míchadlo pásové.
- Rychloběžná míchadla – rychloběžná míchadla zpravidla fungují při vyšších otáčkách a poměr mezi průměrem nádoby a průměrem míchadla bývá větší ( $T/d \geq 3$ ). Většinou se míchadla umisťují do osy nádoby (centricky), která je opatřena svislými narážkami. Ty zabraňují tomu, aby došlo k rotaci vsádky, a tím vzniku středového víru. Pokud nelze použít svislé narážky, lze zabránit vzniku středového víru umístěním míchadla excentricky nebo pod úhlem k ose nádoby. Mezi tyto míchadla se řadí např. turbínové míchadlo s (nebo bez) dělícím kotoučem, vrtulové míchadlo nebo lopatková míchadla se šikmými lopatkami.

Dalším kritériem, podle něhož lze míchadla rozdělit, je podle způsobu proudění kapaliny v nádobě

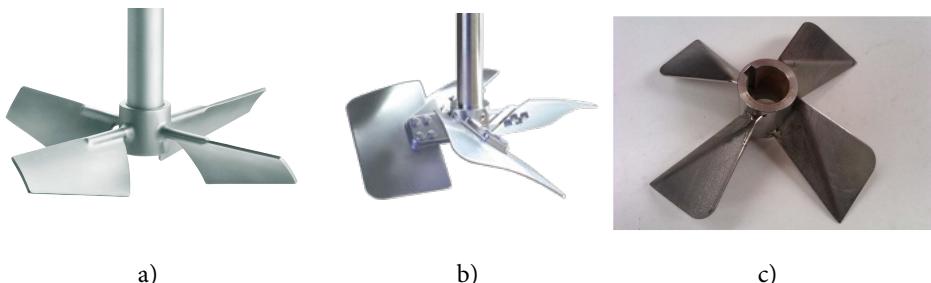


Obrázek 6: Proudění v nádobě za použití rotačních míchadel. a) axiální proudění (nádoba s narážkami); b) radiální proudění (nádoba s narážkami); c) tangenciální proudění (nádoba bez narážek)  
(Rieger et al., 2005)

- Axiální míchadla – v případě použití axiálních míchadel dochází ke vzniku proudění, kde směr proudnic je většinou rovnoběžný s osou nádoby viz obrázek 6a. Mezi tato míchadla se řadí např. míchadla šroubová, vrtulová nebo míchadla se šikmými lopatkami.

- b. Radiální míchadla – radiální míchadla vytvářejí především radiální proudění, tedy proudění kolmo od osy míchadla viz obrázek 6b. Do této skupiny lze zařadit turbínová míchadla a míchadla s velkým sklonem lopatek.
- c. Tangenciální míchadla – u těchto míchadel vzniká převážně tangenciální proudění v rovinách kolmých na osu míchadloviz obrázek 6c. Obvykle se tato míchadla používají pro míchání viskózních látek. Lze sem zařadit pomaluběžná míchadla kotvová a lopatková.

Podle Paul et al. (2003) lze do tohoto rozdělení zařadit hydrodynamicky optimalizovaná míchadla (Hydrofoil míchadla). Při návrhu takového míchadla je snaha vytvořit míchadlo s tvarovými lopatkami, které dokáže nejlépe využít dodanou energii ve formě příkonu na vyvolání čerpacího výkonu a turbulencie disipované mimo rotorovou oblast míchadla. Takovýto typ míchadla vytvořila např. firma Ligtnin (A315), firma Ekato (VISCOPROP) nebo axiální míchadlo s velkoplošnými lomenými lopatkami od ?.



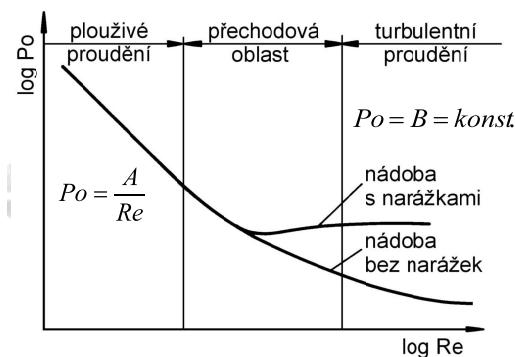
Obrázek 7: Hydraulicky optimalizovaná míchadla. a) Ligtnin A315; b) Ekato VISCOPRO; c) Axiální míchadlo s velkoplošnými lomenými lopatkami

#### Příkonové charakteristiky

Příkon míchadla je důležitou veličinou pro návrh míchadla, neboť jeho hodnota vypovídá o energetické náročnosti procesu míchání. Jak odvodil Rieger et al. (2005) pomocí inspekční analýzy ze silových účinků kapaliny a míchadla, lze pro míchací zařízení, jejichž uspořádání je geometricky podobné, napsat vztah pro příkonové číslo  $Po$  jakožto funkci modifikovaného Reynoldsova čísla  $Re$

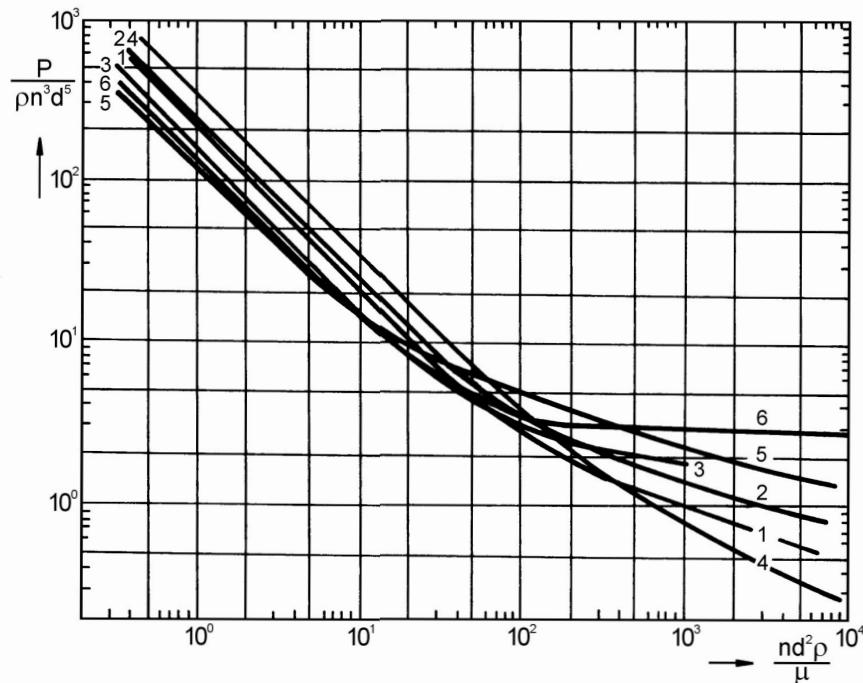
$$Po = \frac{P}{\rho n^3 d^5} = f(Re) \quad (32)$$

V případě vynesení závislosti příkonového čísla a modifikovaného Reynoldsova čísla do grafu, dostaneme tzv. příkonovou charakteristiku. Tu lze rozdělit do tří částí. V oblasti plouživého proudění, tedy při nízkých hodnotách Reynoldsova čísla (pro většinu míchadel  $Re \leq 10$ ), vyjde v logaritmických souřadnicích přímka, jejíž směrnice je rovna  $-1$ . Při zvyšujícím se Reynoldsově čísle dochází k vývinu víru a příkonová charakteristika se zakřívuje viz obrázek 8.

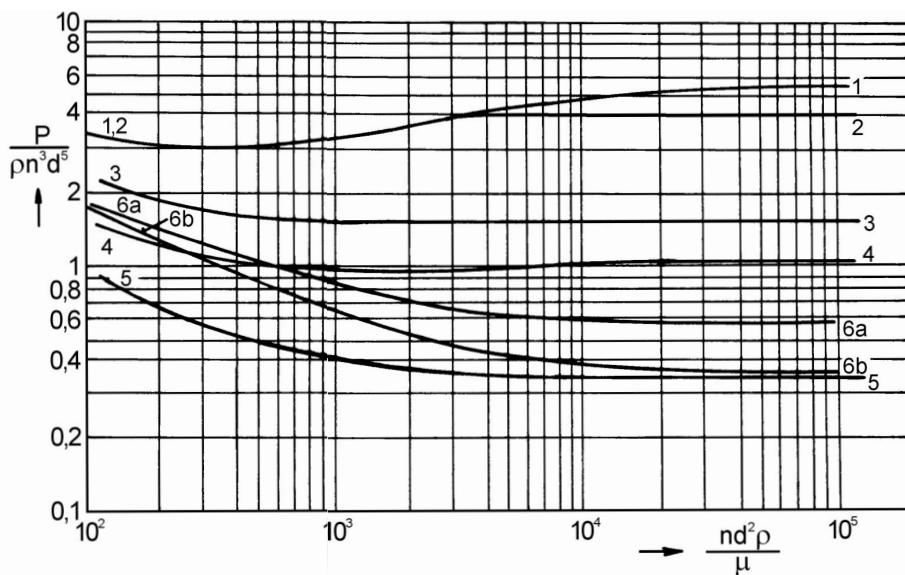


Obrázek 8: Typický průběh příkonové charakteristiky. Rieger et al. (2005)

Na obrázku 9 jsou znázorněny příkonové charakteristiky některých typů pomaloběžných míchadel a na obrázku 10 jsou zobrazeny příkonové charakteristiky vybraných typů rychloběžných míchadel při míchání v nádobě se svislými narážkami.



Obrázek 9: Příkonové charakteristiky některých typů pomaloběžných míchadel při míchání v nádobě bez narážek. 1–kotvové míchadlo (CVS 69 1014); 2–šroubové míchadlo s usměrňovacím válcem (CVS 69 1028); 3–šroubové míchadlo umístěné excentricky; 4–pásové míchadlo (CVS 69 1029); 5–listové míchadlo (CVS 60 1016); 6–čtyřnásobné lopatkové míchadlo umístěné excentricky Rieger et al. (2005)



Obrázek 10: Příkonové charakteristiky některých typů rychloběžných míchadel při míchání v nádobě s narážkami. 1–turbínové míchadlo (CVS 69 1021); 2–turbínové míchadlo bez dělícího kotouče; 3–šestilopatkové míchadlo (CVS 69 1020); 4–třílopatkové míchadlo (CVS 69 1025.3); 5–vrtulové míchadlo (CVS 60 1019); 6a,b–zubová míchadla Rieger et al. (2005)

## 2.4 Metody vyhodnocování měření na elektrickém kalorimetru

Měření na elektrickém kalorimetru je vždy zatíženo chybou, která vzniká tepelnými ztrátami do okolí. Při vyhodnocování výsledků měření je tedy nutné tuto chybu brát v úvahu a některou z metod jí odstranit.

### 2.4.1 Analytické řešení

Tepelné ztráty vznikají nedokonalou izolací nádoby a rozdílem teploty okolí a teploty kalorimetru, která se v čase mění. Pro popsání tohoto efektu musíme do rovnice (27) přidat ztrátové teplo a zároveň jí přepsat do diferenciálního tvaru (Fyzikální praktikum, 2016)

$$(m c + V_k) dT + dQ_z = U I dt, \quad (33)$$

kde  $dQ_z$  jsou tepelné ztráty kalorimetru a  $dt$  je krátký časový úsek. Pokud vyjdeme z Newtonova ochlazovacího zákona, lze tvrdit, že teplo odváděné z kalorimetru do jeho okolí je přímo úměrné rozdílu okamžité teploty uvnitř kalorimetru  $T$  a teploty okolí  $T_{ok}$ . Můžeme tedy napsat rovnici

$$dQ_z = \alpha S (T - T_{ok}) dt, \quad (34)$$

kde  $\alpha S$  určuje přestup tepla do okolí. V případě, že spojíme rovnice (33) a (34), dostaneme diferenciální rovnici, která popisuje závislost teploty na čase

$$(m c + V_k) dT + \alpha S (T - T_{ok}) dt = U I dt. \quad (35)$$

Po separaci proměnných lze tuto rovnici přímo integrovat

$$\int_{T_1}^T \frac{dT}{U I - \alpha S (T - T_{ok})} = \int_0^t \frac{dt}{m c + V_k}. \quad (36)$$

a řešením této rovnice pak dostaneme

$$T = T_{ok} + \frac{1}{\alpha S} \left\{ U I - [U I - \alpha S (T_1 - T_{ok})] e^{-\frac{\alpha S}{m c + V_k} t} \right\}. \quad (37)$$

Z tohoto výrazu pak lze dopočítat měrnou tepelnou kapacitu  $c$ . Nejjednodušejí se výsledku dobereme tak, že celou rovnici (37) zlogaritmujeme a uděláme její lineární regresi. Směrnice této přímky je pak rovna výrazu  $-\alpha S / (m c + V_k)$ .

Ze směrnice je už jednoduché vyjádřit neznámou  $c$ . Problémem však je, že ve výrazu se nachází ještě dvě neznámé a to měrná tepelná kapacita kalorimetru  $V_k$  a poté součin  $\alpha S$ , který popisuje množství ztrátového tepla. Tyto dva parametry se nedají určit analyticky a je nutné je určit experimentálně.

Jak popisuje Horák (1958) určit tepelnou kapacitu kalorimetru lze několika způsoby. Pokud bychom měření prováděli na plechovém kalorimetru (Regnaultův) skládající se ze dvou mosazných válců, jež jsou odděleny vzduchovou mezerou, míchačkou a teploměrem, bylo by možné určit tepelnou kapacitu uvnitřní mosazné nádoby a míchačky pouze na základě jejich hmotnosti a měrné tepelné kapacity materiálu, z kterého jsou vyrobené. Určit tepelnou kapacitu teploměru (skleněného) nelze takto jednoduše. Vzhledem k tomu, že sklo má malou tepelnou vodivost, musí se tepelná kapacita určit jen z části teploměru umístěného ve vnitřní nádobě kalorimetru. U tlustostěnných rtuťových kalorimetrů to lze takto provést, jelikož objemové teplo skla a rtuti jsou přibližně shodné. U trubicového teploměru to takto provést nejde.

Pokud je použita Dewarova nádoba, tenkostěnný skleněný teploměr nebo je uvnitř kalorimetru část z materiálu, jehož tepelnou kapacitu neznáme, není možné použít první způsob určení tepelné kapacity kalorimetru. V tomto případě je nutné určit tepelnou kapacitu kalorimetru jako celku experimentálně.

Jednou z možností je použít princip směšovacího kalorimetru. Princip této metody spočívá v tom, že do kalorimetru se nalije studená voda o známé teplotě  $T_1$  a známé hmotnosti  $m_1$ . Poté se do kalorimetru přilije voda teplá o teplotě  $T_2$  a hmotnosti  $m_2$ . Po rychlém smíchání, aby nedošlo ke ztrátám do okolí, se odečte výsledná teplota  $T$ . Podle zákona o zachování energie se musí teplo  $Q$  odebrané teplé vodě, rovnat teplu, které přijala studená voda a jednotlivé části kalorimetru. Lze tedy napsat vztah

$$Q = m_2 c (T_2 - T) = (m_1 c + V_k) (T - T_1) \quad (38)$$

Odtud již lze tepelnou kapacitu kalorimetru vyjádřit jako

$$V_k = \frac{m_2 (T_2 - T) - m_1 (T - T_1)}{T - T_1} c. \quad (39)$$

Jestliže bychom chtěli měřit měrnou tepelnou kapacitu vody, nemohli bychom použít její tabelovanou hodnotu při výpočtu tepelné kapacity kalorimetru. Bylo by tedy nutné převést rovnici (38) do tvaru

$$m_2 c (T_2 - T) = c (m_1 + \kappa) (T - T_1), \quad (40)$$

kde  $\kappa = V_k/c$  je nazývána redukovaná kapacita kalorimetru a pro určení její hodnoty není třeba znát tabelovanou hodnotu měrné tepelné kapacity vody. Po vykrácení tak vyjde vztah

$$m_2 (T_2 - T) = (m_1 + \kappa) (T - T_1). \quad (41)$$

Obdobně lze úpravu provést v rovnici (35), která přejde do tvaru

$$c (m + \kappa) dT + \alpha S (T - T_{ok}) dt = U I dt. \quad (42)$$

Pak je možné vyhodnotit měření bez předešlé znalosti tabelovaných hodnot.

Pokud chceme zjistit tepelnou kapacitu elektrického kalorimetru, můžeme využít tepelného výkonu topné spirály. Do kalorimetru nalijeme kapalinu (většinou vodu) o známé hmotnosti, teplotě a měrné tepelné kapacitě. Zapneme ohřev a měříme závislost teploty na čase. Pokud je měření krátké, zásadně se neprojeví vliv tepelných ztrát do okolí a tak můžeme vycházet pouze z počáteční teploty  $T_1$ , koncové teploty  $T_2$  a doby měření  $t_m$ . Vyjdeme-li tedy z rovnice (27), dosadíme za časově závislé proměnné naměřené hodnoty a vyjádříme z rovnice námi požadovanou hodnotu  $V_k$ , dostaneme výraz.

$$V_k = \frac{U I t_m}{T_2 - T_1} - m c. \quad (43)$$

Pokud bychom předpokládali, že ztráty mají výrazný vliv na průběh teploty v závislosti na čase, bylo by nutné i při tomto měření udělat korekci tepelných ztrát.

Další neznámou, kterou je nutné experimentálně zjistit, je součin  $\alpha S$ . Jednou z možností, jak je možné tuto hodnotu zjistit je, že zahřejeme kalorimetr na teplotu vyšší než je teplota okolí a následně ho necháme samovolně chladnout. Toto chladnutí zaznamenáváme jako závislost teploty na čase, které lze popsat stejnou rovnicí, jako při ohřevu kalorimetru. Rozdílem však je, že do systému není dodáváno teplo z topné spirály a proto je  $U I = 0$ . Tím se rovnice (37) zkrátí na tvar

$$T = T_{ok} + (T_1 - T_{ok}) e^{-\frac{\alpha S}{m c + V_k} t}. \quad (44)$$

Následně z naměřených hodnot vznikne graf závislosti  $T(t)$ , z něhož pomocí regrese určíme hodnotu  $\alpha S$ .

Druhým způsobem, který by se mohl použít pro zjištění tepelných ztrát, je nechat kalorimetr vyhřívat topným tělesem tak dlouho, dokud se tepelný výkon topné spirály nevyrovnaná s tepelnými ztrátami do okolí. V tu chvíli by se teplota ustálila na konstantní teplotě  $T_r$ , která určí rovnovážný stav děje. Za těchto podmínek můžeme rovnici (37) napsat jako

$$T_r = T_{ok} + \frac{U I}{\alpha S}. \quad (45)$$

Z této rovnice se dá již jednoduše vyjádřit hledaná hodnota součinu  $\alpha S$ . Nevýhodou této metody je, že v případě, kdy neznáme ani přibližně hodnotu  $\alpha S$ , můžeme špatně zvolit dodávaný tepelný výkon a tak by mohla být rovnovážná teplota  $T_r$  příliš vysoká. Další nevýhodou je velká časová náročnost, které se dá předejít částečným předehřevem kapaliny před samotným experimentálním měřením.

## 2.4.2 Aproximativní řešení

V případě, že známe analytické, tedy přesné řešení, přibližné řešení za pomoci approximace by nemělo význam. Mohla by ovšem nastat situace, kdy přesné řešení nemáme k dispozici nebo jeho řešení je příliš komplikované. V tu chvíli se uplatní approximativní řešení (Fyzikální praktikum, 2016).

Abychom nemuseli řešit diferenciální rovnici (33), budeme konstatovat, že průběh změny teploty na čase při ohřevu je lineární. Pak rovnice tepelných ztrát (34) zůstane stejná, ale okamžitá teplota  $T$  se vyjádří jako

$$T = a t + T_1 \quad (46)$$

kde  $a$  je směrnice závislosti  $T(t)$ , která lze vyjádřit jako

$$a = \frac{T_2 + T_1}{t_m} \quad (47)$$

V tomto vztahu je tedy  $T_1$  počáteční teplota, tedy teplota, kdy se zapne elektrický ohřev.  $T_2$  je koncová teplota při vypnutí ohřevu a  $t_m$  je doba, po kterou bylo teplo do systému dodáváno. Tato approximace je však limitována poměrem mezi dodávaným tepelným výkonem a tepelnými ztrátami. Čím budou tepelné ztráty zanedbatelnější oproti dodávanému tepelnému výkonu, tím se bude lineární approximace více blížit přesnému řešení. Abychom tedy předešli větším nepřesnostem, při použití tohoto řešení je nutné, aby rozdíl počáteční a konečné teploty nebyl velký. Zároveň by se v ideálním případě teplota okolí měla nacházet mezi oběma teplotami.

Dosadíme-li rovnice (46) a (47) do obecné rovnice popisující tepelné ztráty (34), dostaneme vztah

$$\int_0^{Q_z} dQ_z = \int_0^{t_m} \alpha S \left( \frac{T_2 - T_1}{t_m} t + T_1 - T_{ok} \right) dt. \quad (48)$$

pokud tedy tuto rovnici zintegrujeme, dostaneme výsledný vztah pro tepelné ztráty ve tvaru

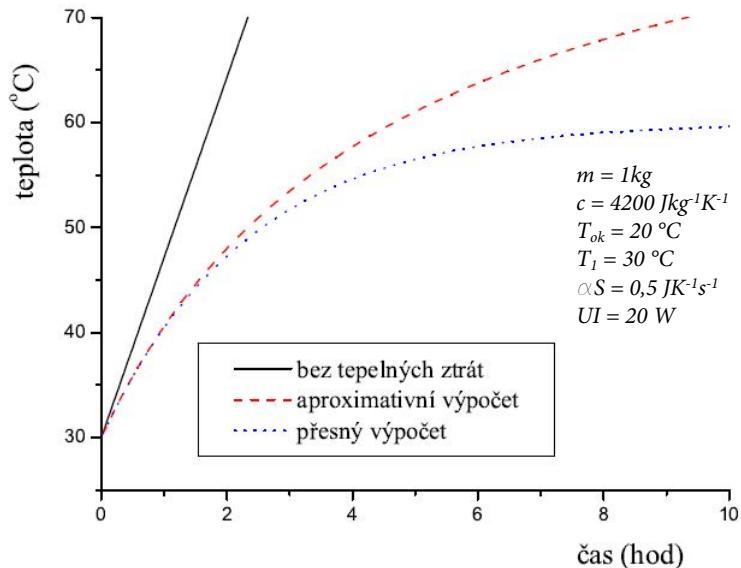
$$Q_z = \alpha S t_m \left( \frac{T_2 - T_1}{2} + T_1 - T_{ok} \right). \quad (49)$$

Po dosazení rovnice (49) do kalorimetrické rovnice a nahrazení proměnných veličin  $T$  a  $t$  za známé hodnoty výsledné teploty  $T_2$  a doby ohřevu  $t_m$ , přejde vztah po započtení tepelných ztrát approximativní metodou do tvaru

$$(m c + V_k) (T_2 - T_1) + \alpha S t_m \left( \frac{T_2 - T_1}{2} + T_1 - T_{ok} \right) = U I dt_m . \quad (50)$$

Stejně jako u analytického řešení i zde je nutné určit tepelnou kapacitu kalorimetru  $V_k$  a součin  $\alpha S$ . Pro jejich určení by se použily stejné metody, jako u analytického řešení viz. 2.5.1.

Na obrázku 11 a 12 je znázorněno srovnání mezi analytickým a approximativním řešením a řešením bez započtení tepelných ztrát. Obrázek 11 ukazuje průběh v případě, kdy počáteční teplota kalorimetru je vyšší než teplota okolí. Obrázek 12 zase popisuje situaci, kdy teplota okolí se nachází mezi počáteční a konečnou teplotou.



Obrázek 11: Závislost teploty na čase při ohřevu kalorimetru z počáteční teploty  $T_1 = 30 \text{ }^{\circ}\text{C}$  při teplotě okolí  $T_{ok} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Jak je z obou obrázků vidět, v počáteční fázi ohřevu je analytické a approximativní řešení téměř totožné. Z toho lze usuzovat, že při krátké době měření (ohřevu) a tím i malému rozdílu mezi počáteční a koncovou teplotou lze přesné řešení nahradit approximativním, aniž by při vyhodnocování měření došlo k větší chybě.

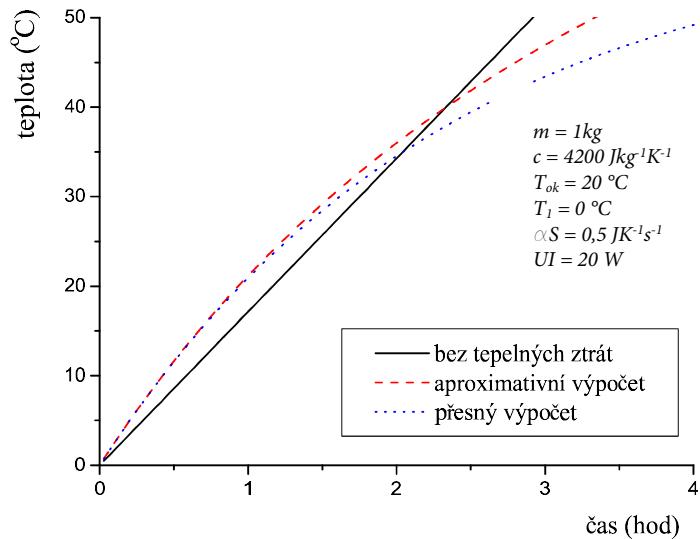
### 2.4.3 Grafické řešení

Princip této metody spočívá v tom, že předpokládáme, že tepelné ztráty za jednotku času jsou přibližně rovny rozdílu okamžité teploty kalorimetru  $T$  a teploty okolí  $T_{ok}$ . Ztráta tepla se tedy projeví v poklesu teploty kalorimetru. Označíme-li minutový pokles teploty  $T_i$  (potažmo  $T_k$ ) pro dvě různé teploty symbolem  $\Delta_i$  a  $\Delta_k$  můžeme napsat rovnice

$$\Delta_i = a (T_i - T_{ok}) \quad (51)$$

a

$$\Delta_k = a (T_k - T_{ok}) . \quad (52)$$



Obrázek 12: Závislost teploty na čase při ohřevu kalorimetru z počáteční teploty  $T_1 = 0 \text{ } ^\circ\text{C}$  při teplotě okolí  $T_{ok} = 20 \text{ } ^\circ\text{C}$ .

Pokud sloučíme rovnice (51) a (52) dostaneme vztah

$$\Delta_k = \Delta_i + a (T_k - T_i) , \quad (53)$$

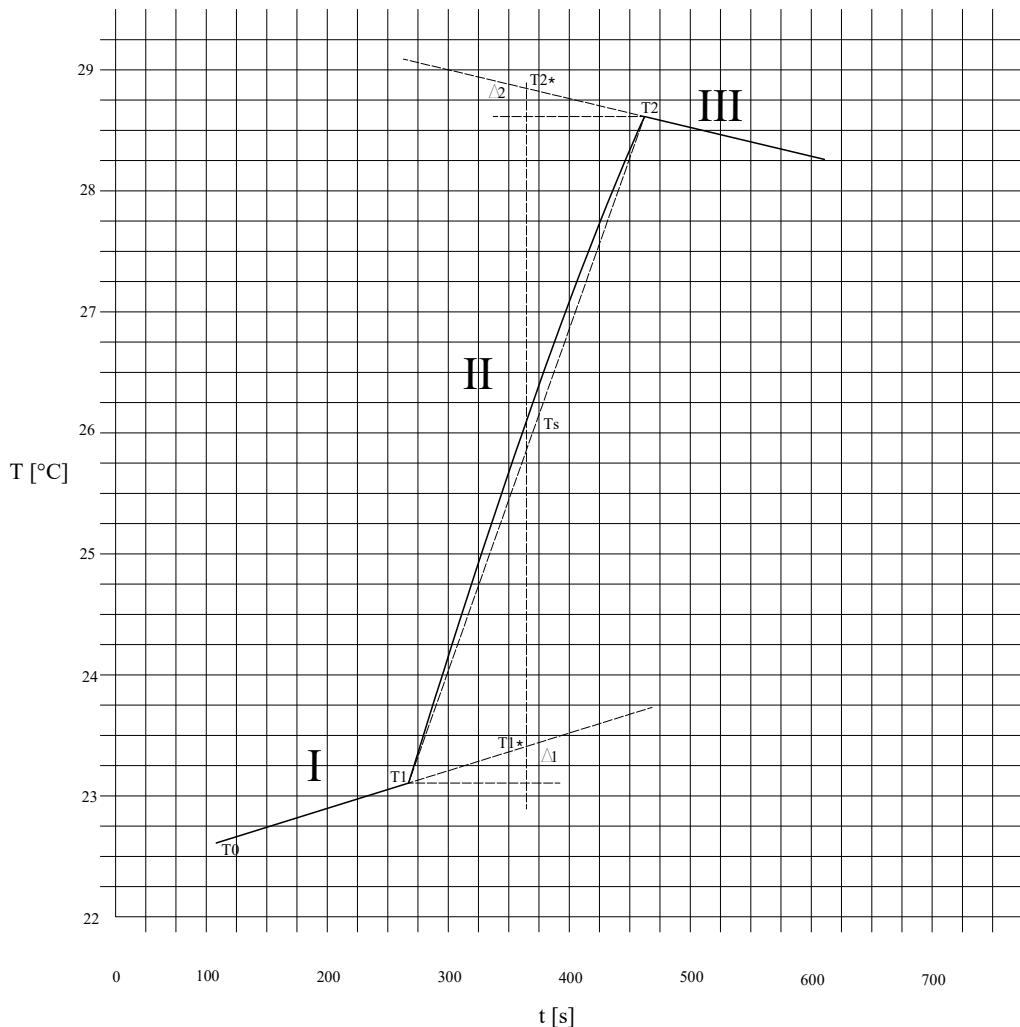
kde  $a$  je konstanta úměrnosti, která v případě určení minutového poklesu teploty před a po samotném měření lze vyloučit. Minutová ztráta roste úměrně s teplotou kalorimetru a lze pro třetí teplotu  $T$ , která leží mezi teplotami  $T_i$  a  $T_k$ , určit lineární interpolací podle vzorce

$$\Delta = \Delta_i + \frac{\Delta_k - \Delta_i}{T_k - T_i} (T - T_i) , \quad (54)$$

Celý průběh měření se skládá ze tří částí. V první fázi zaznamenáváme teplotu promíchávané kapaliny, aniž by byl zapnutý ohřev. Průběh této teploty tedy ovlivňuje teplota okolí, která má vliv na tepelné ztráty a disipace energie od míchadla. Po určité době spustíme ohřev a i nadále zaznamenáváme teplotu, která vlivem dodávání tepla by měla narůstat. Po ohřátí o teplotu v rozmezí  $5 - 7 \text{ } ^\circ\text{C}$  vypneme ohřev a i nadále sledujeme změnu teploty. Pokud bychom chtěli více měření najednou, bylo by možné opět spustit ohřev a pokračovat ve stejné posloupnosti jako doposud.

Z první fáze určíme střední teplotu  $T_I$  a střední minutový pokles  $\Delta_I$ . Totéž uděláme pro oblast po vypnutí ohřevu, čímž dostaneme hodnoty  $T_{III}$  a  $\Delta_{III}$ . Střední teplotu spočítáme i pro dobu samotného pokusu ( $T_{II}$ ) a interpolací podle rovnice (51) dostaneme minutový pokles  $\Delta_{II}$ . Vynásobíme - li tuto hodnotu dobou ohřevu, dostaneme hodnotu, která odpovídá poklesu teploty na konci pokusu vlivem tepelných ztrát. Konečnou teplotu tak navýšíme o vypočtenou hodnotu. Tu následně použijeme při výpočtu měrné tepelné kapacity látky.

Stejnou metodu můžeme použít i pro určení tepelné kapacity kalorimetru, kde budeme vycházet ze známé hodnoty měrné tepelné kapacity ohřívané látky.



Obrázek 13: Grafická metoda vyhodnocení kalorimetrického měření

### 3 Návrhová část

Ze zadání diplomové práce vyplývá, že návrh elektrického kalorimetru má být proveden pro kupovanou Dewarovu nádobu o objemu 1 l a dále pro vlastní nádobu, jejíž objem by byl v rozmezí 1 až 2 l. Je tedy nutné udělat dva návrhy tak, aby jednotlivé komponenty vyhovovaly rozdílným množstvím vsádky a rozdílné geometrii.

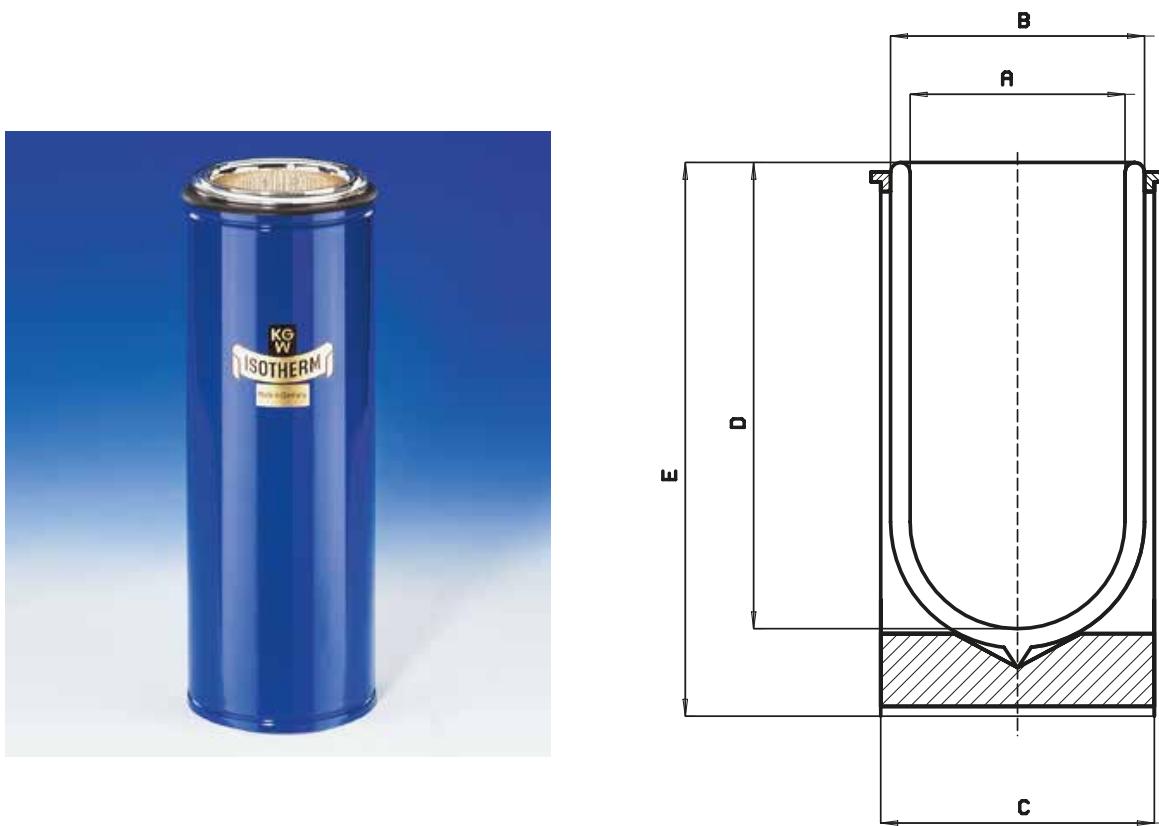
Jak bylo popsáno v kapitole 2.3.2, elektrický kalorimetru se skládá z izolované nádoby, míchadla, víčka, teploměru a topného tělesa. Je tedy nutné navrhnout tyto komponenty a další části, potřebné k správnému fungování kalorimetru.

#### 3.1 Návrh 1

##### 3.1.1 Izolovaná nádoba

V případě prvního návrhu je použita kupovaná Dewarova nádoba. Byla zakoupena Dewarova nádoba KGW - ISOTHERM, která se skládá z vnitřní evakuované nádoby s dvojitou stěnou z postříbřeného borosilikátového skla a vnějšího nemagnetického hliníkového pláště. Vnitřní průměr nádoby je 77 mm, vnější průměr nádoby je 105 mm, hloubka vnitřní části je 235 mm a celková výška nádoby je 290 mm. Díky velice dobrým izolačním vlastnostem se běžně používá na uskladnění kapalného dusíku, suchého ledu a dalších chladících kapalin. Pro použití při výrobě kalorimetru je tedy tato vlastnost velice výhodná. Nevýhodou této nádoby, jakožto součásti kalorimetru, je nepoměr mezi vnitřním průměrem a hloubkou,

jelikož pro udržení homogenity je nutné měřenou látku míchat. Z toho důvodu nelze plnit celou nádobu.



Obrázek 14: Dewarova nádoba KGW ISOTHERM o objemu 1 l (A = 77 mm; B = 95 mm; C = 105 mm; D = 235 mm; E = 290 mm)

### 3.1.2 Míchací zařízení

#### Příkon míchadla

Aby kalorimetru fungoval správně, je nutné zajistit v celé vsádce homogenitu jak složení, tak teploty. Z tohoto důvodu je nutné vsádku míchat. Aby bylo možné určit potřebný příkon míchadla  $P$ , je nutné znát množství měřené látky, její vlastnosti, typ míchadla, který by se pro danou aplikaci hodil, rozměry nádoby, rychlosť míchání a další. Příkon míchadla potřebný pro míchání pak můžeme určit, jak uvádí Rieger et al. (2005), dle rovnice

$$P = Po \rho n^3 d^5 , \quad (55)$$

kde  $Po$  je příkonové číslo,  $\rho$  je hustota látky,  $n$  je rychlosť otáčení a  $d$  je průměr míchadla. Příkonové číslo lze určit z příkonových charakteristik a je závislé na Reynoldsově čísle  $Re$ , které se spočítá vztahem

$$Re = \frac{nd^2 \rho}{\mu} \quad (56)$$

kde  $\mu$  je dynamická viskozita látky .

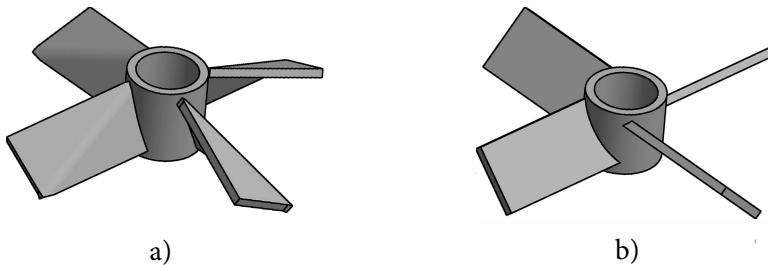
Jelikož se jedná o laboratorní zařízení, nelze jednoznačně určit látku, jejíž měrná tepelná kapacita se bude v kalorimetru měřit. Je tedy nutné určit si okrajové hodnoty potřebných vlastností k výpočtu. Jako modelové kapaliny jsem zvolil vodu a glycerin, jejichž vlastnosti jsou v tabulce 2.

Tabulka 2: Termofyzikální a transportní vlastnosti modelových kapalin při 20 °C.

| Látka    | Koncentrace % | Hustota ( $\text{kg m}^{-3}$ ) | Dynamická viskozita (mPa s) |
|----------|---------------|--------------------------------|-----------------------------|
| Voda     | 100           | 998,2                          | 1,0020                      |
| Glycerin | 100           | 1261                           | 1499                        |
| Glycerin | 98            | 1255                           | 974                         |
| Glycerin | 95            | 1248                           | 545                         |
| Glycerin | 90            | 1235                           | 234,6                       |

Vzhledem k tomu, že bude docházet k ohřevu měřené látky, bude docházet i ke změně vlastností na ní závislých. Hustota, stejně jako dynamická viskozita s teplotou klesají. Díky tomu je jednodušší látku umíchat a postačí tedy provést výpočet pro hodnoty při 20 °C.

Dále je nutné zvolit typ míchadla, který bude při výrobě kalorimetru použit. Pro méně viskózní látky jsem zvolil dva druhy rychloběžných míchadel a to čtyřlopatkové míchadlo se šikmými lomenými lopatkami (4RLL) a čtyřlopatkové míchadlo se šikmými lopatkami pod úhlem 45 °. U obou míchadel byl zvolen průměr jako jedna polovina průměru nádoby  $T/d = 2$ . Pro více viskózní látky by se použilo kotvové míchadlo. Tato míchadla jsou znázorněna na obrázku 15.

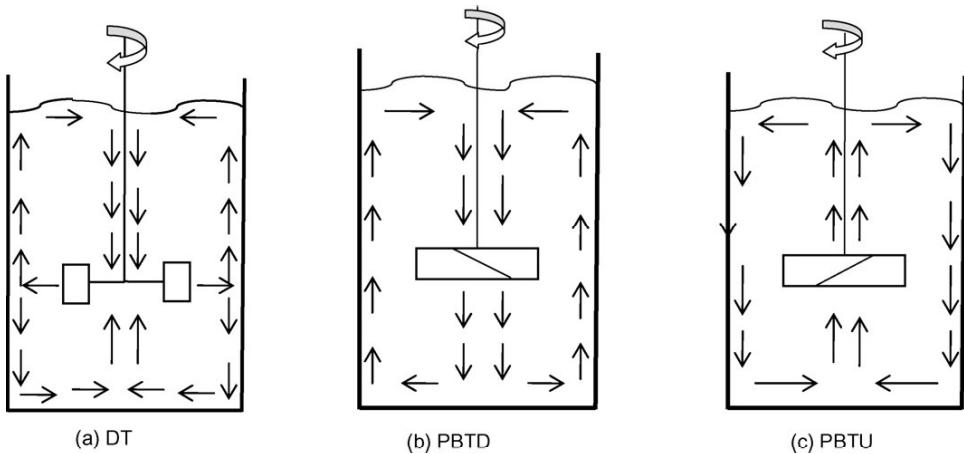


Obrázek 15: Modely vybraných typů míchadel. a) čtyřlopatkové míchadlo se šikmými lomenými lopatkami (4RLL); b) čtyřlopatkové míchadlo se šikmými lopatkami

Poslední neznámou, kterou je třeba určit, aby bylo možné spočítat Reynoldsovo číslo, je rychlosť otáčení. Zde je nutné si uvědomit, že rychlosť míchání nemá vliv pouze na dobu homogenizace, ale při rostoucích otáčkách se zvyšuje disipace energie a tím vzniká chyba při samotném kalorimetrickém měření. Další problém, který může vzniknout při procesu míchání, je tvorba středového víru, kdy může dojít až k aeraci vsádky, tedy přisávání vzduchu. Tento stav nesmí nastat a proto otáčky, při kterých by došlo k aeraci lze považovat za mezní hodnotu rychlosti otáčení.

Mali a Patwardhan (2009) provedl experiment, kde zkoumal tvorbu středových vírů u systému voda - vzduch. Měření prováděl v nádobě se čtyřmi svislými narážkami, pro tři typy míchadel (turbinové míchadlo a míchadlo se šikmými lopatkami otočené jednou tak, aby tlačilo vodu pod sebe a jednou tak, aby vytlačovalo vodu nad sebe viz obrázek 16) a ve třech vzdálenostech od hladiny (1/3; 1/2 a 2/3 výšky hladiny). Navíc použil tři rozměry každého míchadla a to poměr průměru míchadla vůči průměru nádoby o hodnotách 0,65; 0,45 a 0,30.

Při porovnání předpokládané geometrie kalorimetru a geometrie použité při experimentu dospějeme k tomu, že u kalorimetru se nepředpokládají svislé narážky, což by zapříčinilo vznik středového víru při nižších otáčkách, nežli vzešlo z experimentu viz tabulka 3. Na druhou stranu budou v kalorimetru vystavby jako topné těleso nebo měřiče teploty, což by mělo alespoň částečně nahradit funkci narážek. Typ míchadla se skloněnými lopatkami se shoduje s volbou pro kalorimetr, ale rozměry míchadla se předpokládají polovina průměru nádoby. Vzdálenost od hladiny by se shodovala.



Obrázek 16: Proudění v nádobě za použití: a) DT - turbinové míchadlo, b) PBTD - míchadlo se šikmými lopatkami tlačící vodu pod sebe, b) PBTU - míchadlo se šikmými lopatkami vytlačující vodu nad sebe (Mali a Patwardhan, 2009).

Tabulka 3: Hodnoty kritických otáček vyplývající z experimentu Mali a Patwardhan (2009).

| d/T  | Umístění míchadla | DT  | PBTD | PBTU |
|------|-------------------|-----|------|------|
| 0,65 | S = H/3           | 42  | 40   | 83   |
|      | S = H/2           | 45  | 44   | 88   |
|      | S = 2H/3          | 50  | 60   | 90   |
| 0,45 | S = H/3           | 93  | 121  | 80   |
|      | S = H/2           | 104 | 145  | 144  |
|      | S = 2H/3          | 118 | 230  | 175  |
| 0,3  | S = H/3           | 260 | 300  | 136  |
|      | S = H/2           | 270 | 398  | 198  |
|      | S = 2H/3          | 352 | 402  | 286  |

Pokud bychom vzali v potaz předpokládanou geometrii kalorimetru, kritické otáčky by se měly pohybovat v rozmezí  $60 - 230 \text{ min}^{-1}$ . V tu chvíli by hodnoty Reynoldsova čísla pro vodu byly v rozmezí  $1476,7 - 5660,4$ , čemuž by odpovídala přechodová oblast příkonové charakteristiky.

Vzhledem k tomu, že geometrie není přesná a rozptyl předpokládaných otáček je dosti velký, byl proveden experiment s předpokládanou geometrií tak, aby bylo možné určit kritické otáčky, při kterých by došlo k aeraci. Z pokusu vyšlo, že až u  $500 \text{ min}^{-1}$  došlo k občasnému přisátí bublinky vzduchu do kapaliny. Pro tuto hodnotu otáček by Reynoldsovo číslo vycházelo 11987,7.

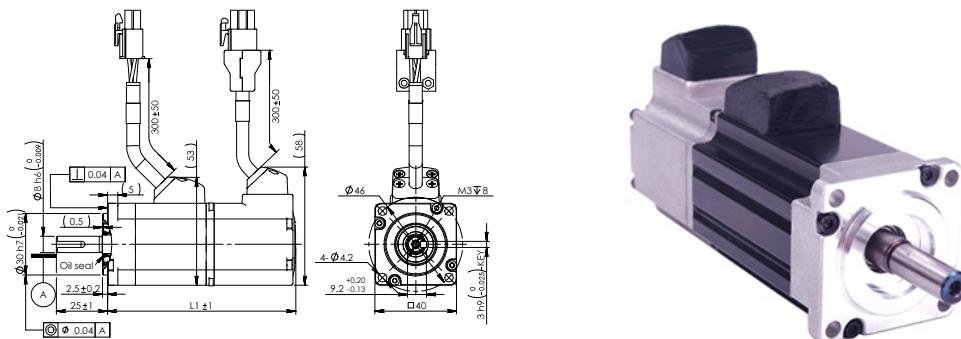
Příkonové číslo pro čtyřlopatkové míchadlo se šikmými lopatkami pro umístění v různých vzdálenostech od hladiny je v rozmezí 0,95 – 1,2. Z rovnice (55) lze dopočítat potřebný příkon míchadla  $P = 1,644 \text{ W}$ .

Jedním z požadavků, kromě potřebného výkonu, byly i rozměry pohonu. Vzhledem k malému průměru nádoby byla snaha pořídit pohon s co nejmenší zastavitelnou plochou, jelikož do víčka bylo nutné zakomponovat i zbylé části kalorimetru. Nakonec byl vybrán pohon SM0401AE4-KCD-NNV od firmy MOONS o výkonu 60 W. Jeho rozměry převodovky  $40 \times 40 \text{ mm}$  sice nejsou příliš malé, vzhledem k vnitřnímu průměru nádoby (77 mm), ale s touto skutečností se muselo počítat při návrhu zbylých komponent míchacího zařízení.

Table 2 – Impeller specifications.

| Impeller         | 4PBT     | 3P                     | HR100        | HS604     |
|------------------|----------|------------------------|--------------|-----------|
| D/T              | 0.52     | 0.52                   | 0.52         | 0.52      |
| No. of blade     | 4        | 3                      | 3            | 4         |
| Blade width (mm) | 12       | ≈25 (widest)           | ≈26 (widest) | ≈12 (tip) |
| C/D              |          | 0.25, 0.50, 0.75, 1.00 |              | 0.04      |
| N <sub>p</sub>   | 0.95–1.2 | 0.3–0.45               | 0.4–0.55     | 3.6–3.8   |

Obrázek 17: Parametry míchadel použité Ibrahim et al. (2015)



Obrázek 18: Pohon SM0401AE4-KCD-NNV firmy MOONS (Katalog MOONS).

### Hřídel míchadla

Existuje několik způsobů, jak je možné dimenzovat hřídel míchadla. Dle Ditl a Novák (1999) je nutné pro dimenzování hřídel znát zatížení, které působí na hřídel míchadla a dále materiál, z něhož má být hřídel vyroben.

Pro stanovení silových účinků působících na hřídel míchadla lze přistupovat dvěma způsoby:

- V případě prvního způsobu je nutné znát instalovaný příkon pohonu. Dimenzování navíc vychází z podmínky, že může dojít až k zastavení míchadla vlivem silových účinků. Do této skupiny by bylo možné zahrnout výpočtový postup VÚCHZ a výpočtový postup E.E.U.A
- Druhý způsob vychází z namáhání při normálních podmínkách, tudíž není tak konzervativní a lze touto metodou dosáhnout menší hmotnosti pohonu. Těmito metodami se zabývají především firmy vyrábějící míchadla a lze je použít pouze na konkrétní typy míchadel, pro která jsou naměřena experimentální data. Mezi tyto metody patří např. metoda firmy Chemineer a EKATO nebo metoda BHRA.

Pokud bychom použili metodu VÚCHZ, v prvním kroku bychom spočítali kroutící moment motoru

$$M_{km} = \frac{P_m}{2 \pi n}, \quad (57)$$

kde  $P_m$  je štítkový výkon instalovaného elektromotoru a  $n$  jsou otáčky míchadla.

Abychom mohli určit kroutící moment působící na hřídel míchadla  $M_k$ , je nutné stanovit, za jakých podmínek má míchadlo pracovat. Provoz lze rozdělit na :

- Lehký provoz – do této skupiny se započítává míchání pomaluběžnými míchadly s dostatečnou mezerou od stěny nádoby a zároveň vsádka nesmí obsahovat pevnou fázi. Pak kroutící moment na hřídeli míchadla spočítáme jako

$$M_k = k_1 M_{km}, \quad k_1 = 1,8 \quad (58)$$

- b. Těžký provoz – tento provoz je zpravidla při použití rychloběžných míchadel s velkým specifickým příkonem, pokud je malá mezera mezi míchadlem a stěnou nádoby nebo pokud je ve vsádce přítomna pevná fáze. Lze pak spočítat krouticí moment při plně zablokovaném míchadle

$$M_k = k_2 M_{km}, \quad k_2 = 2,8 \quad (59)$$

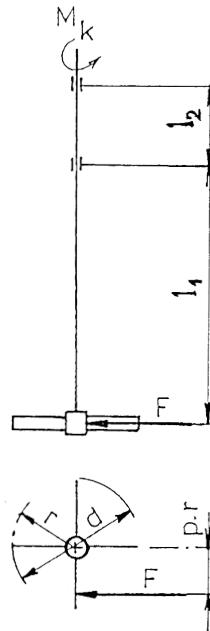
Následně lze dopočítat přídavnou ohybovou sílu  $F$ , která působí na lopatku ve vzdálenosti  $3/4$  poloměru míchadla. Poté vyjde vztah

$$F = \frac{8 M_k}{3 d} \quad (60)$$

a ohybový moment  $M_o$  se následně spočítá

$$M_o = F l_1, \quad (61)$$

kde  $l_1$  je vzdálenost míchadla od uložení hřídele viz obrázek.



Obrázek 19: Schéma uložení hřídele s působením silových účinků.

Jelikož dochází ke kombinaci ohybu a krutiny, stanovuje tato metoda redukovaný moment z rovnice

$$M_{red} = \sqrt{M_o^2 + \frac{3}{4} M_{kmax}^2}. \quad (62)$$

Pokud známe redukovaný moment, lze již dopočítat minimální průměr hřídele

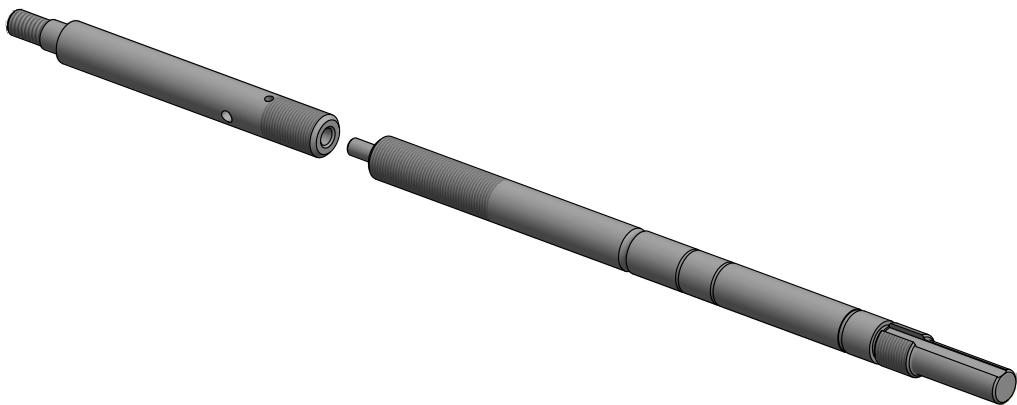
$$d_0 = \sqrt[3]{\frac{32}{\pi} \frac{M_{red}}{\sigma_{kt}}}, \quad (63)$$

kde  $\sigma_{kt}$  je mez kluzu v tahu materiálu, z něhož je hřídel vyroben.

Výkon zakoupeného motoru SM0401AE4-KCD-NNV je 60 W. Předpokládané rozmezí otáček je od 50 do  $200 \text{ min}^{-1}$ . Jako materiál na výrobu hřídele byla použita korozivzdorná ocel ČSN 19240. Vzhledem k tomu, že bude docházet k ohřívání látky v kalorimetru, nelze použít mez kluzu za standartních podmínek. Teplota by však neměla překročit  $100^\circ\text{C}$ , proto lze použít hodnotu  $\sigma_{kt}(100^\circ\text{C}) = 157 \text{ MPa}$ . Průměr míchadla je 38,5 mm. Z návrhového výkresu kalorimetru lze odečíst, že vzdálenost mezi míchadlem a uložením je  $l_1 = 172 \text{ mm}$ .

Pokud dosadíme tyto hodnoty do výpočtových vzorců, dostaneme, že minimální průměr hřídele pro lehký provoz je  $d_{01} = 6,28 \text{ mm}$  a minimální průměr pro těžký provoz je  $d_{02} = 7,27 \text{ mm}$ . Tím, že se bude v kalorimetru měřit široké spektrum látek a u viskózních látek se počítá s použitím kotvového míchadla, je na místě použít vypočtenou hodnotu pro těžký provoz. U navrhovaného hřídele byl tedy zvolen průměr 10 mm.

Aby bylo možné použít kalorimetr pro větší množství látek, je hřídel dělený na dvě části tak, aby bylo možné spodní část měnit v závislosti na potřebné délce a možnosti změny míchadla (nahrazení rychloběžného míchadla kotvovým míchadlem) viz obrázek 20.



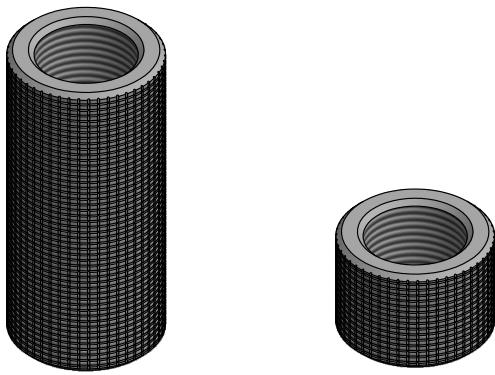
Obrázek 20: Model hřídele složeného ze dvou částí.

První (delší) část hřídele má největší průměr 10 mm. Z jedné strany je hřídel zúžen na průměr 8 mm kvůli spojení s hřídelovou spojkou. Dále je na hřídeli vytvořen závit M10x0,75 pro KM matici a drážka pro uchycení MB podložky. Následně je hřídel dělen zápicí D0,8x0,1 z důvodu tolerancí průměrů pod ložisky a jedním zápicem D2,2x0,3 pro oddělení části hřídele vystupující z ložiskového domku. Konec hřídele o průměru 10 mm je opatřen vnějším závitem M10x0,75 pro spojení s druhou částí hřídele. Konec hřídele je zakončen čepem o průměru 4 mm, který slouží pro vycentrování obou částí hřídele proti sobě.

Druhá (kratší) část hřídele má také největší průměr 10 mm. Na straně, kde dochází ke spojení obou částí hřídele, je vyvrtána díra o průměru 4 mm, která slouží k vycentrování s protikusem. Z vnějška je na hřídeli udělaný závit M10x0,75, který slouží ke spojení obou částí hřídele. V hřídeli je následně vyvrtána kolmo na osu hřídele díra o průměru 2 mm, která slouží k umístění kolíku, o který se zapře spojovací matice. Druhá díra o průměru 3 mm slouží k podržení části hřídele proti pootočení, v případě nutnosti dotáhnutí některé z komponent. Konec hřídele je zúžen na průměr 7 mm a následně pokračuje závit M6 pro matici k uchycení míchadla.

#### *Spojovací matice*

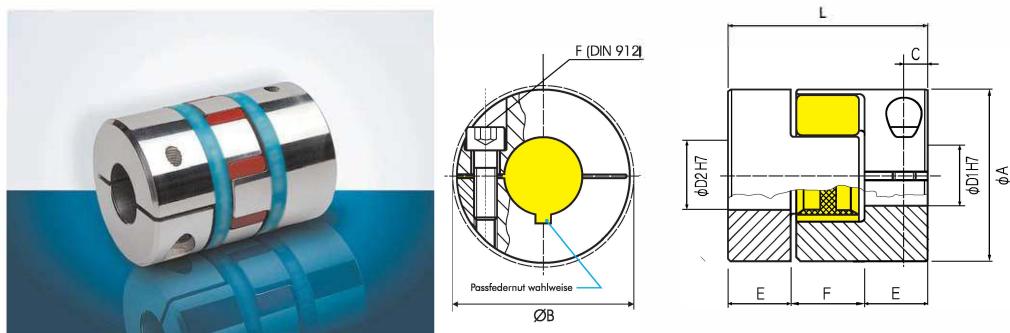
Pro spojení obou částí hřídele jsou navrženy dvě matice s jemným závitem a pravoúhlým vroubkováním na povrchu tak, aby bylo možné je dotáhnout pouze rukou. Delší matice překrývá spoj obou částí a kratší matice slouží jako pojistná.



Obrázek 21: Velká a malá matice sloužící ke spojení obou částí hřídele.

### Hřidelová spojka

Ke spojení hřídele a pohonu je použita pružná bezvůlová hřidelová spojka KBE 2-9-8H7-8H7. Výhodou této spojky je, že dochází k tlumení případných vibrací a vyrovnává možnou nesouosost. Maximální otáčky, které spojka přenese, jsou  $19000 \text{ min}^{-1}$  a maximální přenášený moment je 3 N m.



Obrázek 22: Pružná spojka KBE 2-9-8H7-8H7 s rozměry:  $A = 20 \text{ mm}$ ;  $B = 23,4 \text{ mm}$ ,  $C = 5 \text{ mm}$ ;  $D1 = 8 \text{ mm}$ ;  $D2 = 8 \text{ mm}$ ;  $E = 10 \text{ mm}$ ;  $F = 10 \text{ mm}$ ;  $F(\text{DIN}912) = M2,5$ ;  $L = 30 \text{ mm}$

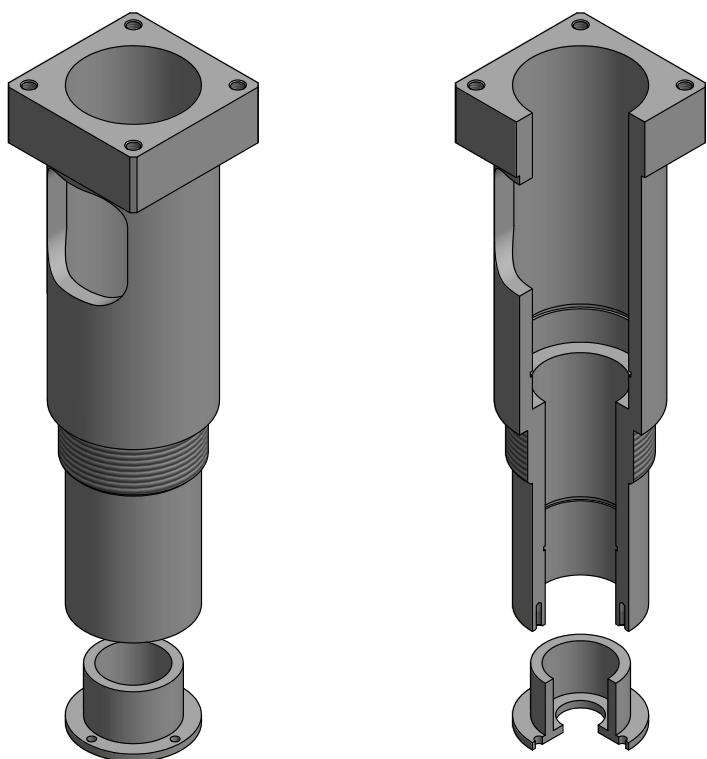
### Ložiskový domek

Další částí míchacího zařízení je ložiskový domek. Jak je vidět na obrázku 23, ložiskový domek se skládá ze samotného tělesa domku a víčka. Obě dvě komponenty jsou vyrobeny z korozivzdorné oceli. Jako polotovar pro těleso domku je navržena kruhová tyč o průměru 60 mm a pro víčko kruhová tyč o průměru 32 mm.

Vnější část domku je válcová se čtvercovou přírubou pro uchycení pohonu. V místě, kde se po smonování nachází hřidelová spojka, je vytvořen výrez pro možnost dotažení šroubů na spojce. Následuje zúžení na průměr 33 mm, kde je vytvořen závit M33x1,5 pro možnost uchycení do víčka kalorimetru. Ve spodní ploše jsou udělané čtyři závity M2 pro uchycení víčka. Vnitřní část je tvořena válcovou dírou o dvou průměrech. Větší průměr 30 mm slouží k vycentrování pohonu vůči ložiskovému domku a dále k uložení jednoho z ložisek. Užší část domku je navržena pro uložení. Víčko slouží k uchycení hřidelových těsnících kroužků.

### Sestava míchacího zařízení

Na obrázku 24 je znázorněno míchací zařízení se všemi komponenty. Pohon kalorimetru je připevněn k ložiskovému domku čtyřmi šrouby M4. Spojení mezi pohonom a hřidelem kalorimetru je provedeno za pomoci pružné hřidelové spojky. Uložení hřídele v ložiskovém domku se skládá z axiálně uchyceného ložiska 6200, které je staženo MB podložkou a KM maticí a axiálně volného ložiska 91 900, které je



Obrázek 23: Model ložiskového domku skládající se z tělesa domku a víčka.

uchyceno pojistným kroužkem a víčkem ložiskového domku. Na utěsnění byly použity dva hřídelové těsnící kroužky, které jsou umístěny ve víčku ložiskového domku. Spojení mezi hlavním hřídelem a hřídelem míchadla je provedeno pomocí kolíku a dvou spojovacích matic a na konci hřídele je umístěno míchadlo, které je dotaženo šestihranou maticí M6.

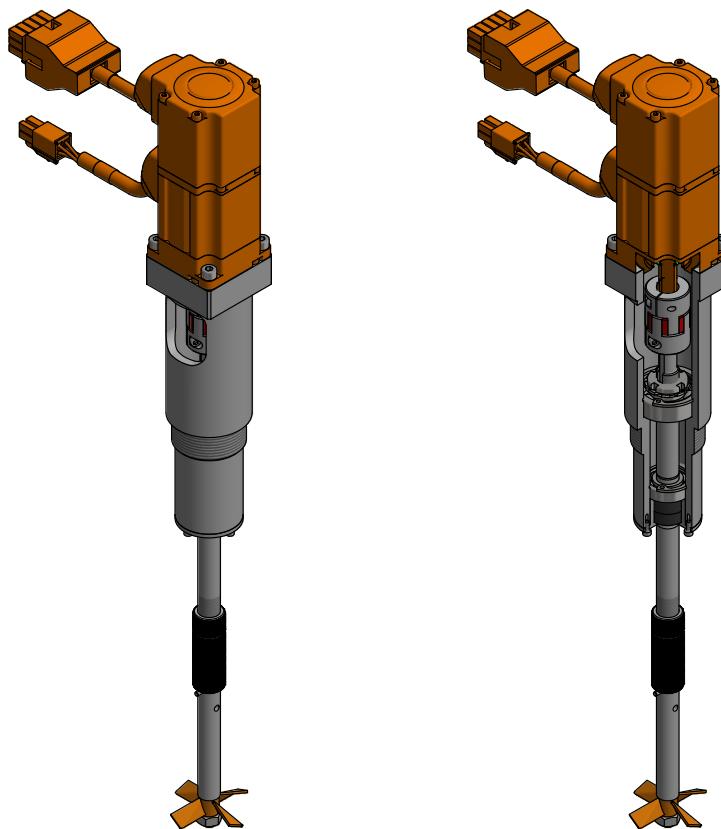
### 3.1.3 Víčko kalorimetru

Polotovar pro výrobu víčka kalorimetru je kruhová tyč, kde díky jednoduchosti tvaru je možné polotovar pouze soustružit. Víko je rovné s osazením pro sesazení s nádobou. Osazení má menší průměr nežli vnitřní průměr nádoby, jelikož je nutné mezi víčko a nádobu umístit měkké těsnění tak, aby při vzniku kmitání, díky rotaci míchadla, nedošlo k poškození vnitřní skleněné nádoby.

U navrhovaného kalorimetru je míchací zařízení umístěno centricky ve víčku. Nevýhodou takového umístění by mohl být vznik tangenciálního proudění a tím pádem horší homogenizace vsádky, vznik středového víru nebo dokonce přisávání vzduchu z hladiny. Z toho důvodu se u běžných míchacích aparátů umísťují do nádoby svíslé narážky, které zapříčiní usměrnění toku tak, aby docházelo k lepšímu promíchávání vsádky a nedocházelo ke vzniku středového víru.

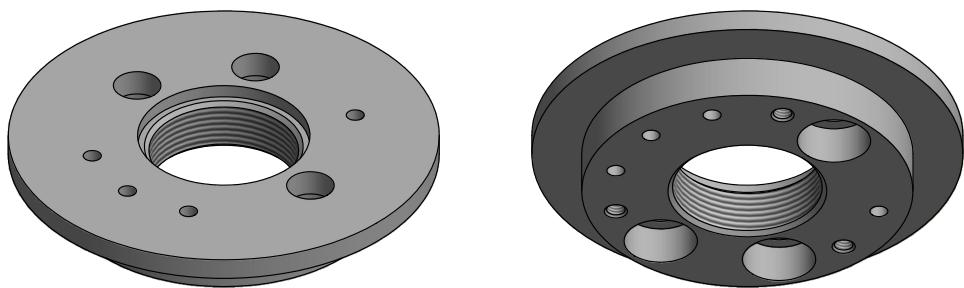
V této aplikaci však není možné použít běžné narážky, jelikož nádoba je skleněná a v případě vysoce viskózních látek se uvažuje i o použití pomaluběžných míchadel, jejichž lopatky často sahají až těsně k okraji nádoby. Tangenciální tok by však měl být narušen vestavbami, které jsou součástí kalorimetru jako jsou topná spirála, vodiče a měřiče teploty.

Dále je nutné ve víčku vytvořit díry a závity potřebné pro uchycení míchacího zařízení, pro napájecí kabely topné spirály a měřiče teploty. Jak již bylo napsáno, míchací zařízení je umístěné centricky a



Obrázek 24: Model sestavy míchacího zařízení kalorimetru.

na ložiskovém domku je vytvořen závit právě pro spojení s víčkem. V ose víčka je tedy vytvořeno mělké osazení o průměru 38 mm, které slouží k vycentrování ložiskového domku, na nějž navazuje závit M33x1,5, do kterého se ložiskový domek zašroubuje. Dále jsou ve víčku tři větší díry pro umístění svorek. Dvě z nich poslouží pro napájení topné spirály a třetí by měla posloužit pro měření proudu, který bude topné spirále dodáván. Zbylé průchozí díry ve víčku budou využity na vývod kabelů od zařízení měřících teplotu. Ze spoda víčka jsou navrženy ještě tři neprůchozí závity M5, které mají sloužit k uchycení vnitřní vestavby kalorimetru.



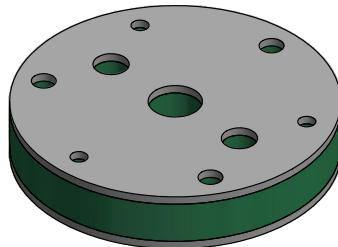
Obrázek 25: Model víčka kalorimetru.

### 3.1.4 Vnitřní vestavba kalorimetru

Jelikož kalorimetr bude naplněn kapalinou pouze do stejné výšky, jako je její průměr (77 mm), zůstalo by mnoho volného prostoru mezi hladinou a víčkem, což by mohlo vést ke zvýšení tepelných ztrát. Z

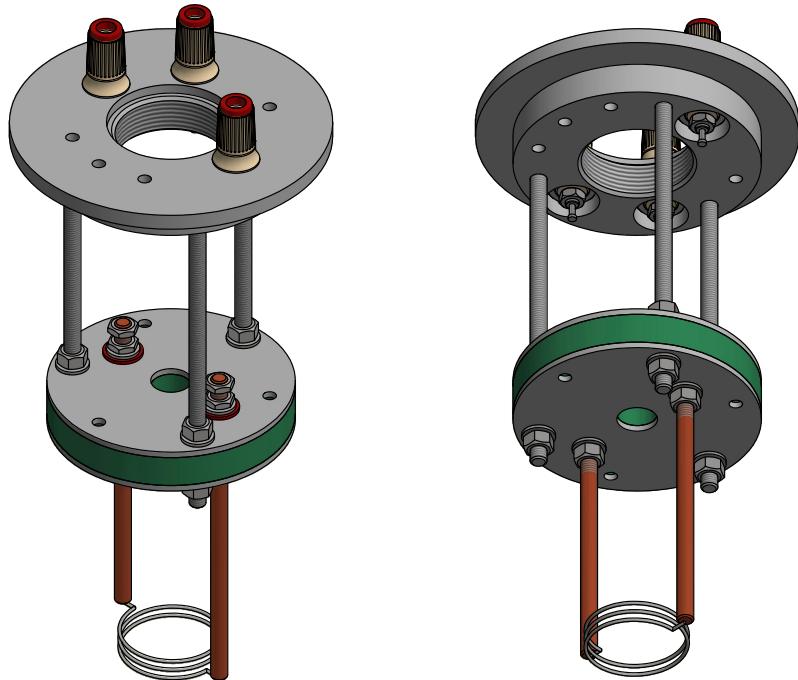
toho důvodu je do kalorimetru umístěna vestavba, která zmenší volný prostor nad hladinou a zároveň poslouží k uchycení topného tělesa a zařízení pro měření teploty.

Samotná vestavba se skládá z tří kusů. Středová deska kruhového průřezu vyrobená z dobře izolujícího materiálu, která je sevřena mezi dva plechy o stejném průřezu viz obrázek 26. Ve středu vestavby je vyvrtnaná díra pro průchod hřídele. Dále jsou ve vestavbě dvě díry o průměru 8 mm, do kterých se uchytí topná spirála. Po obvodu jsou tři díry o průměru 5,5 mm sloužící ke spojení vestavby s víčkem kalorimetru a tři díry o průměru 4 mm, které by měly sloužit k umístění zařízení pro měření teploty.



Obrázek 26: Model vestavby kalorimetru.

Obrázek 27 zobrazuje sestavu víčka s vnitřní vestavbou. Víčko a vestavba jsou spojené pomocí tří závitových tyčí, díky nimž je možné nastavovat vhodnou pozici vestavby v kalorimetru. Topné těleso je tvořeno dvěma měděnými tyčemi a topnou spirálou z odporového drátu ze slitiny niklu a chromu.



Obrázek 27: Model vestavby kalorimetru.

### 3.1.5 Měření a regulace

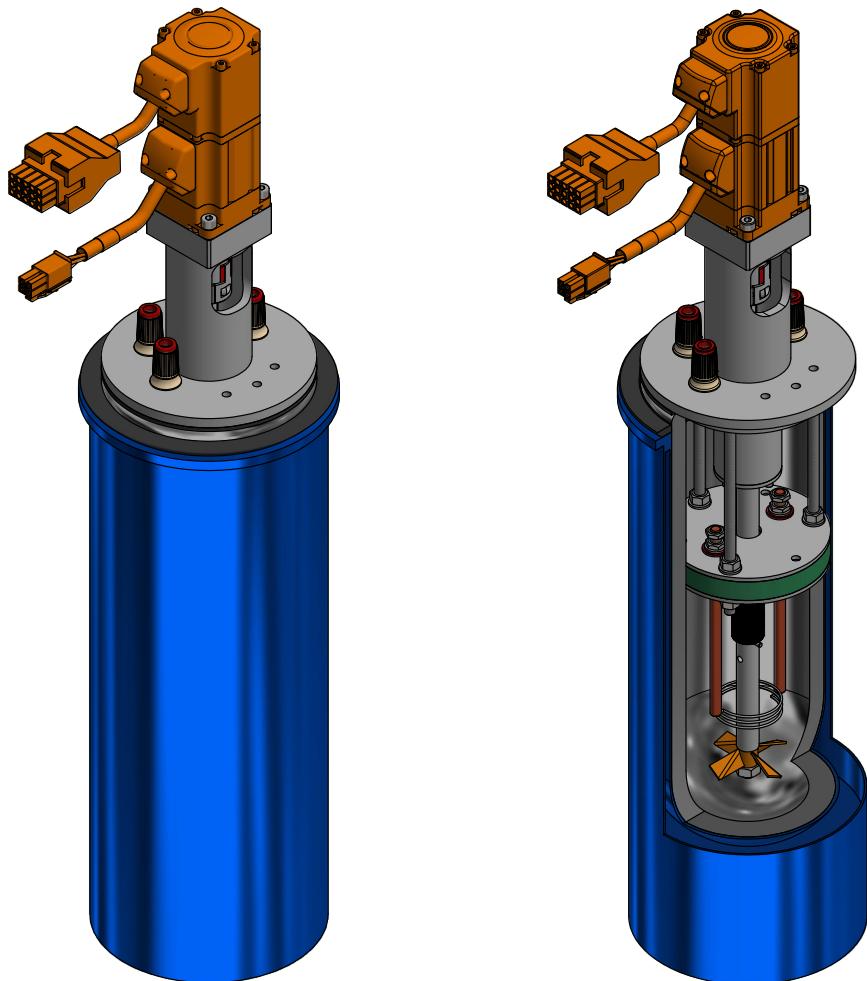
Při experimentu je nutné měřit pouze teplotu. K tomu by bylo možné použít různé snímače teploty. Dříve se používaly klasické rtuťové teploměry. Ty však nemají dostatečnou přesnost a zaznamenávání hodnot by bylo nutné provádět ručně. Vhodnější variantou tak je použití buď to termočlánku nebo některého z odporových teploměrů, u nichž je možné zaznamenávat teplotu do počítače.

Pro tuto aplikaci jsem vybral odporový teploměr Pt100, u něhož je výhodou velká přesnost. Na druhou stranu má teploměr časovou prodlevu při zaznamenávání a tak je nutné s touto skutečností počítat. Pro přesnější určení teploty v celém objemu měřené látky by se použily tři tyto teploměry tak, aby každý z nich byl v jiné části. Pak by se výsledná teplota v daném okamžiku určila jako průměr z výsledků ze všech teploměrů.

Tím, že při nárůstu teploty dochází ke snížení měrného odporu u topné spirály, dochází i k poklesu tepelného výkonu dodávaného do měřené látky. Je tedy nutné jednou za čas upravit napětí tak, aby se tepelný výkon stále držel na požadované hodnotě. Tyto drobné úpravy se provádějí ručně na použitém zdroji.

### 3.1.6 Sestava kalorimetru

Veškerá výkresová dokumentace k prvnímu návrhu kalorimetru je v podobě příloh.



Obrázek 28: Model prvního návrhu kalorimetru.

## 3.2 Návrh 2

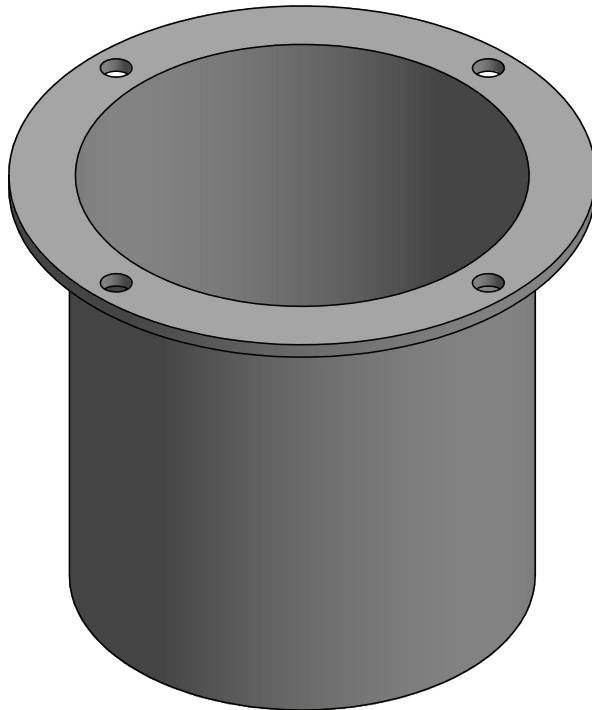
### 3.2.1 Izolovaná nádoba

Pro druhý návrh má být objem měřené látky kolem 2 l. Běžně dostupné Dewarovy nádoby nemají využívající rozměry, proto je vhodnější navrhnout vlastní nádobu, která by měla poměr průměru k výšce odpovídající běžně navrhovaným míchaným aparátům.

Pro určení průměru nádoby vyjdeme ze vztahu

$$D = \sqrt[3]{\frac{4V}{\pi}} \quad (64)$$

a po dosazení požadovaného objemu dostaneme, že minimální vnitřní průměr nádoby musí být  $D_{min} = 136,6\text{mm}$ . Pokud bychom vyšli z předpokladu, že nádoba bude svařovaná, pro výrobu by bylo vhodné použít nerezové trubky běžně dostupných rozměrů. Z toho důvodu jsem pro návrh nádoby použil trubku o vnějším průměru 154mm a tloušťce stěny 2mm. Dno nádoby je rovné z plechu o tloušťce 2mm. Pro uchycení víka kalorimetru je k nádobě přivařena příruba s dírami pro šrouby M8. Narozdíl od Dewarovy nádoby nemá nerezová nádoba izolační vlastnosti a je tak nutné rozšířit nádobu o izolační vrstvu, aby nedocházelo k velkým tepelným ztrátám. Díky vlastnímu návrhu nádoby je možné do nádoby implementovat svislé narážky pro zvýšení homogenizačního účinku pro použití rychloběžných míchadel. Pro kotvové míchadlo je možné tyto narážky vyjmout a tím je docíleno širšího použití, co se vazkosti látek týče. Návrh nádoby kalorimetru je vidět na obrázku 29.



Obrázek 29: Nerezová nádoba kalorimetru.

### 3.2.2 Míchací zařízení

#### Příkon míchadla

Jelikož se předpokládá použití stejných typů míchadel, včetně jejich rozměrů vůči nádobě a stejných modelových kapalin, lze použít parametry pro určení příkonu míchadla z návrhu 1. Rozdílem je nádoba, která je vybavena nejen vestavbou topného tělesa a odporových teploměrů jako tomu bylo u prvního návrhu, ale k usměrnění toku poslouží i odjímatelné svislé narážky. Tím je možné vsádku míchat vyšší rychlostí, aniž by došlo ke vzniku středového víru a tím přisávání vzduchu do měřené látky a zároveň dojde k rychlejší homogenizaci. Pokud vyjdeme z rovnice (56) pro výpočet Reynoldsova čísla, vyjde jeho hodnota pro tuto geometrii  $Re = 46697$ , tudíž se pohybujeme v plně vyvinuté turbulenci. Příkonové číslo je tedy stejné jako v prvním návrhu a tedy z rovnice (55) lze určit minimální potřebný výkon pohonu  $P = 1,64 \text{ W}$ .

Jelikož pro první návrh byl pohon značně předimenzován právě kvůli možnosti aplikace i na druhý návrh pro měření většího množství látky, není nutné vybírat nový pohon, ale lze použít již zmíněný pohon SM0401AE4-KCD-NNV od firmy MOONS o výkonu 60 W.

#### *Hřídel míchadla*

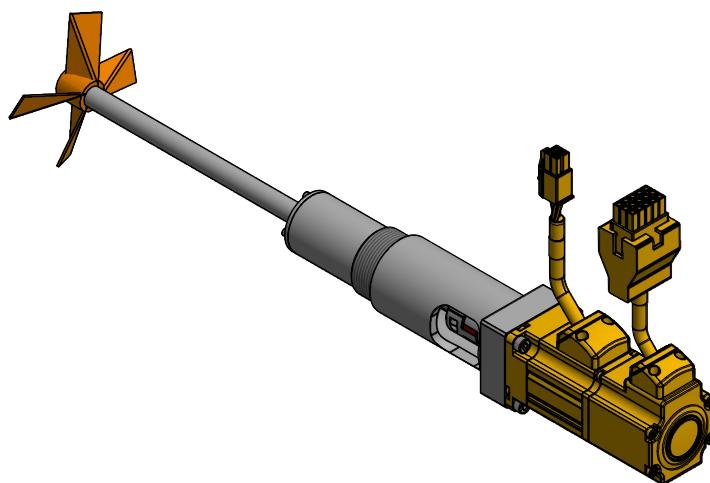
Pro výpočet průměru hřídele u druhého návrhu vyjdeme ze stejných vztahů jako u návrhu prvního. Hřídel je navrhována z nerezové oceli ČSN 17240 a vzdálenost míchadla od uložení je 140 mm. Minimální průměr hřídele tak vychází pro lehký provoz 4,75 mm a pro těžký provoz 5,47 mm. Průměr hřídele bych zvolil 10 mm, tedy stejný jako u prvního návrhu.

Hřídel by v tomto případě byla zhotovena pouze z jednoho kusu. Průměry hřídele by zůstaly stejné jako u prvního návrhu. Rozdílem bude, že konec hřídele bude rovnou opatřen osazením a závitem pro uchycení míchadla.

#### *Ložiskový domek*

Díky postačujícím parametrům pohonu, použitého při prvním návrhu, lze použít i ložiskový domek.

#### *Sestava míchacího zařízení*



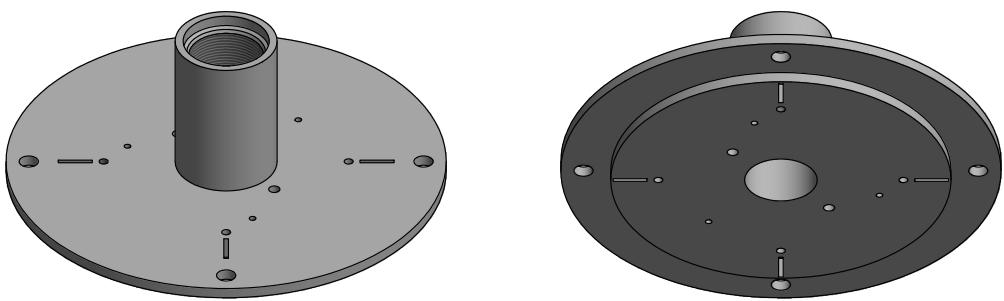
Obrázek 30: Model sestavy míchacího zařízení druhého kalorimetru.

Na obrázku 30 je znázorněno míchací zařízení se všemi komponentami. Oproti prvnímu návrhu se model liší v rozměrech hřídele a míchadla.

#### **3.2.3 Víčko kalorimetru**

Polotovar na výrobu víčka bych zvolil kruhovou tyč tak, aby nebylo nutné víčko svařovat a bylo by možné ho virobýt pouze obroběním. Vnější průměr víčka by byl stejně jako příuba nádoby 194 mm. Spodní strana by byla opatřena osazením pro vycentrování s nádobou. Pro uchycení víčka s nádobou jsou po obvodu čtyři průchozí díry o průměru 8,5 mm. Ve středu nádoby je válcové vyvýšení o průměru 45 mm, ve kterém je vyvrstané osazení o průměru 38 mm pro vycentrování ložiskového domku. Na něj navazuje závit M33 × 1,5 a dále díra o průměru 35 mm.

Na průměru 60 mm jsou vyvrtnány dvě díry o průměru 5 mm, které slouží pro zavedení měděných tyčí přivádějících elektrickou energii na topné těleso. Dále jsou ve víčku vyvrtnány tři díry po 120° o průměru 3 mm, do kterých by byly zavedeny snímače teploty. Pro možnost umístění svislých narážek do nádoby kalorimetru jsou ve víčku vytvořeny čtyři průchozí drážky obdélníkového tvaru. Vedle drážky je vždy vyvrtnán závit M4 pro uchycení narážky k víčku.



Obrázek 31: Model víčka kalorimetru.

### 3.2.4 Vnitřní vestavba kalorimetru

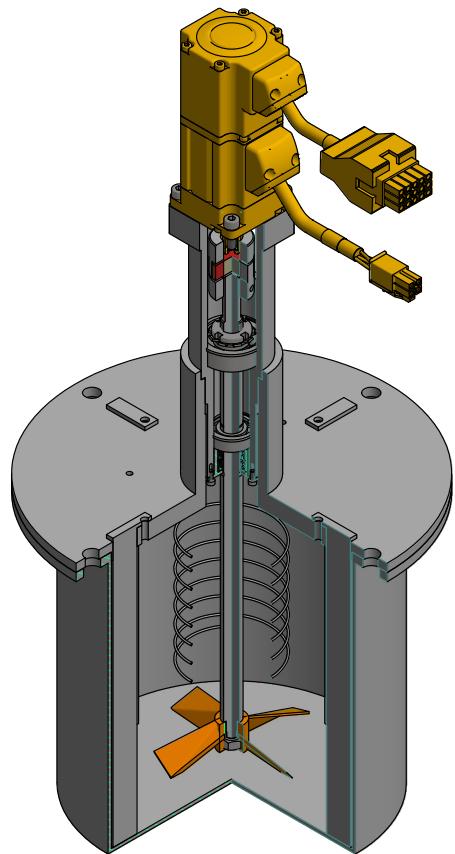
Uvnitř kalorimetru by se nacházel nosič topné spirály, který by byl uchycen přímo na měděných vodičích. Topná spirála by byla vyrobena opět z odporového drátu ze slitiny niklu a chromu, aby odolala koroznímu prostředí při měření. Při použití rychloběžného míchadla by se do kalorimetru implementovaly již zmiňované narážky.

### 3.2.5 Měření a regulace

Pro variantu č. 2 by se použily stejné odporové teploměry Pt100 jako v případě 1, pouze o rozdílné délce vyhovující rozměrům aparátu. Regulace otáček míchadla a tepelného výkonu by zůstala stejná jako u prvního návrhu.

### 3.2.6 Sestava kalorimetru

Na obrázku 32 je znázorněn kalorimetr o objemu přes 2 l.



Obrázek 32: Model druhého navrženého kalorimetru.

## 4 Experimentální část

### 4.1 Výroba zařízení

Pro výrobu kalorimetru byl zakoupen navržený pohon SM0401AE4-KCD-NNV od firmy MOONS o výkonu 60 W. Dále byla zakoupena hřídelová spojka, ložiska a nerezový spojovací materiál.

Z navržených komponent se dle výkresové dokumentace nechal vyrobit ložiskový domek, obě části hřídele, víčko ložiskového domku a dvě rýhované matice na spojení obou částí hřídelů.

Víčko a vnitřní vestavba kalorimetru byly prozatím vyroběny z plastu tak, aby bylo možné přidělávat do obou částí díry pro různé komponenty a zjistily se tak potřebné detaily pro finální návrh.

Obě rychloběžná míchadla byla vytisknuta pomocí 3D tiskárny.

Na obrázku 33 je vidět hřídel míchadla s již namontovanými a pojištěnými ložisky a ložiskový domek, do kterého se hřídel uchytí.

Na obrázku 34 je zobrazena sestava míchacího zařízení kalorimetru včetně pohonu.

Pro ohřev byl použit odporový drát ze slitiny niklu a chromu o průměru 0,5 mm. Vzhledem k malé tloušťce drátu nedržela spirála tvar a tak bylo nutné vymyslet nosič, který by drát držel v požadovaném tvaru. Pro tento prototyp byl vytvořen nosič z teflonu, jak je vidět na obrázku 35. Jako vodiče k topné spirále byly na místo měděných tyčí použity nerezové závitové tyče.

Sestava kalorimetru bez nádoby je na obrázku 36.



Obrázek 33: Sestavení hřídele kalorimetru.



Obrázek 34: Sestava míchacího zařízení.

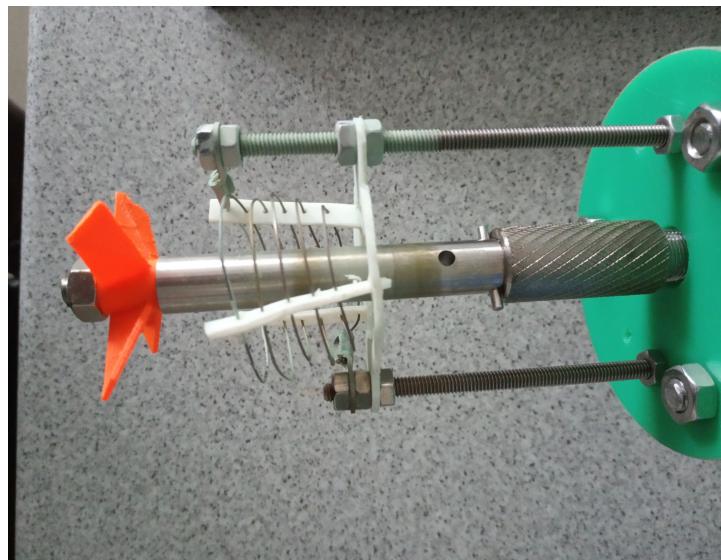
## 4.2 Průběh měření

Na laboratorní váze KERN navážíme požadované množství látky v Dewarově nádobě. Celý kalorimetr pak sestavíme. Pomocí Excelu nastavíme požadované otáčky a spustíme pohon míchadla. V dalším kroku spustíme zaznamenávání teploty. Prvních 200 s měření probíhá s vypnutým topným tělesem. Po této době zapneme ohřev s nastaveným požadovaným výkonem a necháme ho spuštěný do té doby, než teplota vzroste o 5 – 7 °C. Následně ohřev vypneme a měříme teplotu dalších 200 s. Tento cyklus můžeme opakovat v několika krocích po sobě, bez výměny vsádky.

Po naměření stopneme zaznamenávání času, vypneme pohon, vyjmeme vnitřní část kalorimetru a odstraníme vsádku. Nádobu vymyjeme, necháme vychladnout na teplotu okolí stejně jako zbytek kalorimetru, aby byl experiment připraven na další měření.

## 4.3 Vyhodnocení měření

Při kalorimetrickém měření jsou zaznamenávány teploty v programu AD24control, který hodnoty vykresluje do grafu, jak je vidět na obrázku 13. Tento záznam představuje průběh závislosti teploty na čase



Obrázek 35: Pohled na část kalorimetru, která je ponořená v měřené látce.



Obrázek 36: Sestava celého kalorimetru bez nádoby.

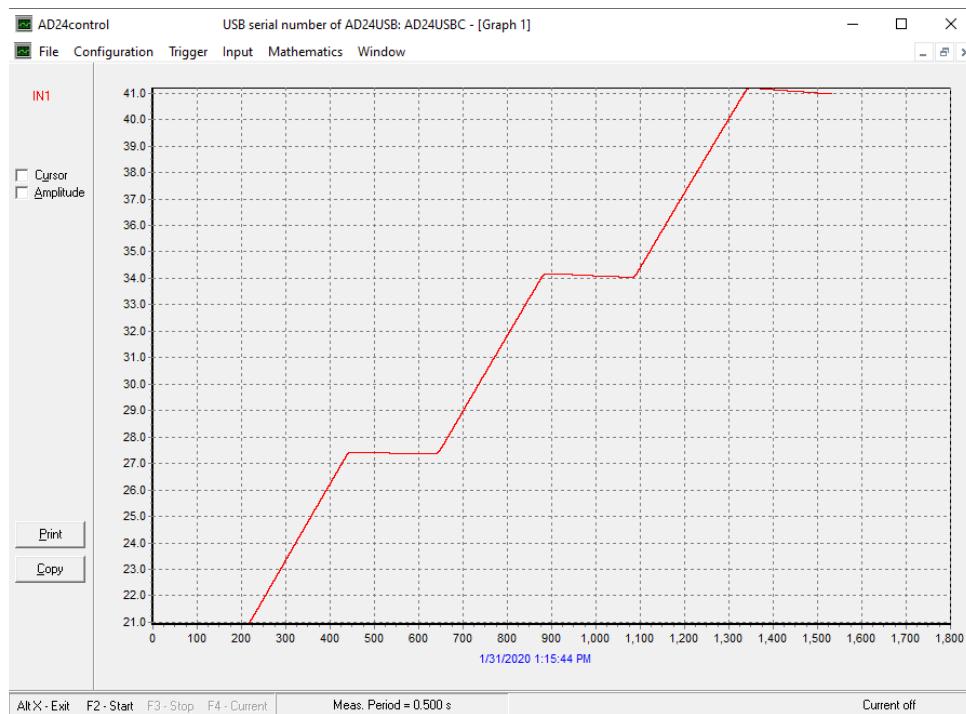
včetně chyb způsobených tepelnou kapacitou kalorimetru, tepelnými ztrátami do okolí a disipací energie od míchadla.

Jak bylo popsáno v kapitole 2.5, je nutné některou z metod vyhodnotit data z měření a tím získat skutečnou měrnou tepelnou kapacitu měřené látky.

V první řadě je tedy nutné určit tepelnou kapacitu kalorimetru. Pro její určení budeme vycházet z měření látky, jejíž měrnou tepelnou kapacitu známe. V našem případě tedy půjde o destilovanou vodu. I v tomto měření je však chyba způsobená tepelnými ztrátami a disipací a je tedy nutné chybu odstranit.

Pro vyhodnocení jsem zvolil grafickou metodu, kterou jsem řešil v Matlabu.

V začátku skriptu je potřeba nahrát data z měření. Tím, že po spuštění ohřevu nedojde k okamžitému nástupu požadovaného tepelného výkonu a zároveň při vypnutí ohřevu má spirála setrvačnost a tím ještě několik sekund ohřívá vsádku, je nutné tyto přechodové úseky nezapočítávat do vyhodnocení. Proto jsem vytvořil druhý textový soubor, do jehož prvního řádku se zapíší parametry tepelného výkonu, hmotnosti vsádky, měrné tepelné kapacity vody, při střední teplotě měření a teplota okolí. Do dalších řádků se zapíší hodnoty času, které budou vymezovat jednotlivé úseky v průběhu měření, tedy oblasti při ohřevu i bez něj. Oba dokumenty se nahrají do Matlabu.



Obrázek 37: Záznam měření v programu AD24control

```

filename1 = 'voda_400ot_3.dat';
DATA = load(filename1);
filename2 = 'PAR.txt';
PAR = load(filename2);

parametry = PAR(1,:);

PAR = PAR(2:end,:);
[rows1,col1] = size(PAR);

% Hmotnost
M = parametry(1);

% Tepelny vykon
P = parametry(2);

% Merna tepelna kapacita vody
cpW = parametry(3);

% Otacky michani
n = parametry(4);

% Rozdeleni dat na cas a teplotu
t = DATA(:,1);
T = DATA(:,2);

```

Dále následuje část Matlabu, která rozdělí textový soubor závislosti teploty na čase zaznamenaný při měření podle druhého souboru, kde jsme časově rozdělili měření do jednotlivých úseků. Každý úsek je pak proložen lineární funkcí, která popisuje daný průběh. Parametry přímky, středního času, středních teplot a časové diference se zapisují do matice pro následný výpočet tepelné kapacity kalorimetru.

```
% Rozsah teplot pro vyhodnoceni
par = [];
```

```

for mer1 = 1 : rows1
    tbeg = PAR40WT(mer1,2);
    tend = PAR40WT(mer1,3);

    indexes = find(t≥ tbeg & t≤ tend);

    subt = t(indexes);
    subT = T(indexes);

    % Graficke znazorneni pocatku a koncu jednotlivych oblasti
    figure(1)
    hold on;
    plot([subt(1) subt(1)], [subT(1)-1 subT(1)+1], 'k-.');
    plot([subt(end) subt(end)], [subT(end)-1 subT(end)+1], 'k-.');
    hold off

    % Modelova funkce
    fun = @(beta,x) beta(1)*x+beta(2);

    % Pocatecni odhad parametru
    beta = [1 1];

    % Nelinearni regrese
    beta = nlinfilt(subt,subT,fun,beta);

    fprintf('y1 = a1x+b1 --> a1 = %.5f; b1 = %.4f\n\n',beta(1),beta(2))

    % Stredni cas
    tstr = (tbeg + tend)/2;

    A_tstr(mer1,1) = tstr;

    dt = tend - tbeg;

    % Dokresleni regresni funkce do grafu
    tt = linspace(subt(1)-200,subt(end)+200,100);
    TT = fun(beta,tt);

    figure(1)
    hold on
    plot(tt,TT, 'r--')
    hold off

    B_beta(mer1,1) = beta(1);
    B_beta(mer1,2) = beta(2);

    C_dt(mer1,1) = dt;

    Tstr = beta(1)*tstr + beta(2);

    D_Tstr(mer1,1) = Tstr;

    par = [par; [beta(1) beta(2) tstr Tstr dt]];

end

```

Tepelnou kapacitu kalorimetru pak můžeme vyjádřit několika způsoby. V první řadě lze určit tepelnou kapacitu kalorimetru, aniž by jsme do výpočtu započítali tepelné ztráty. V tom případě by jsme do for cyklu přidali výpočet

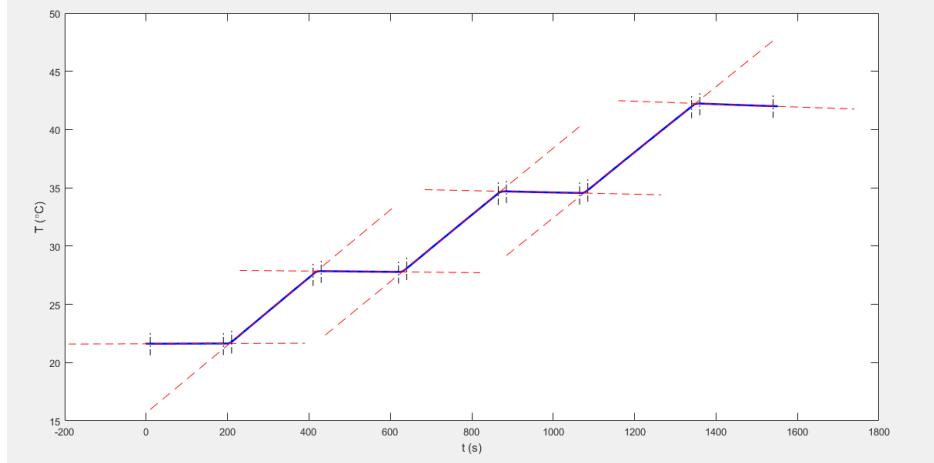
```

if PAR(mer,1) > 0
    % Vlastni kapacita kalorimetru

```

```
Vk = P/dTdt-M*cpW;
fprintf('Vk = %.3f J/K\n\n', Vk)
```

Závislost teploty na čase a následné proložení úseků křivkami se zobrazí i v grafické podobě viz. obrázek 38.



Obrázek 38: Průběh závislosti teploty na čase (Matlab).

Když už známe tepelnou kapacitu kalorimetru, je možné určit měrnou tepelnou kapacitu měřené látky. Pro její stanovení se použije stejný skript v Matlabu, kde nahradí měrnou tepelnou kapacitu vody tepelná kapacita kalorimetru. Výsledný vztah tedy bude vyjadřovat měrnou tepelnou kapacitu měřené látky.

```
% Merna tepelná kapacita
cp = (P/dTdt - Vk)/M;
fprintf('cp = %.3f J/(kg K)\n\n', cp)
```

#### 4.4 Určení tepelné kapacity kalorimetru

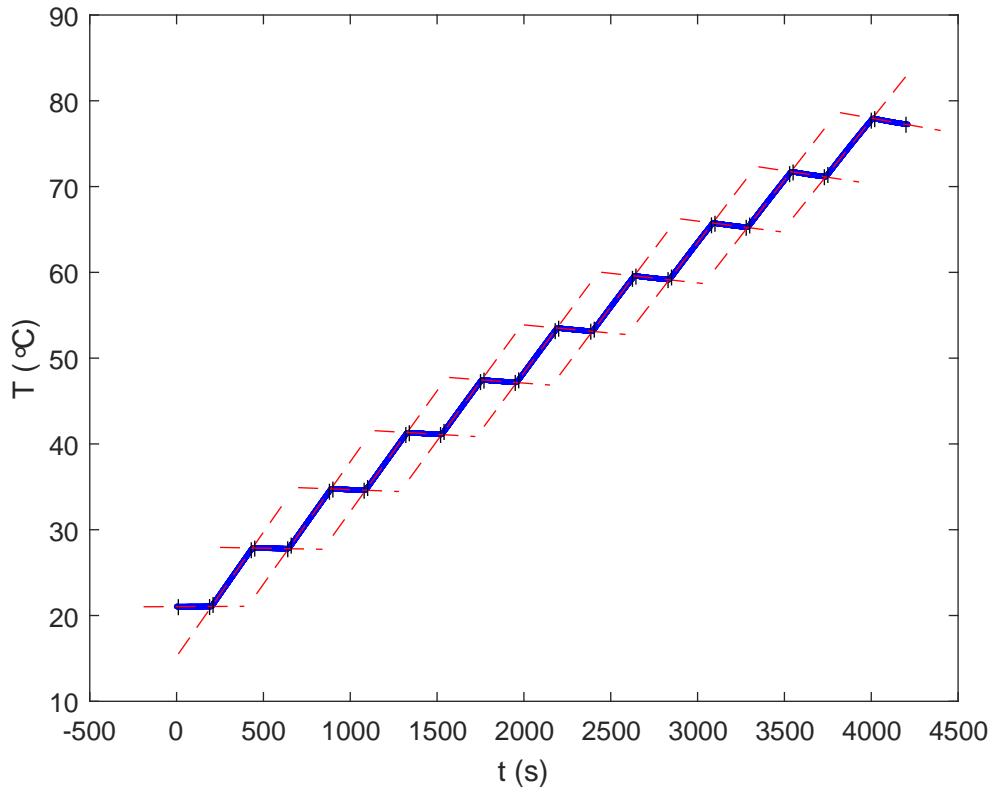
Tepelná kapacita kalorimetru je konstanta, která by pro daný kalorimetr měla nabývat stále stejné hodnoty. Pro ověření je vhodné udělat měření při různých otáčkách míchání, tepelném výkonu a rozsahu teplot, při kterých by měření mohlo probíhat.

Měření probíhalo za konstantních otáček  $400 \text{ min}^{-1}$  a při konstantním tepelném výkonu 40 W dodávaného do kalorimetru. Teplota okolí byla  $23,2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Průběh je vidět na obrázku 40.

Pokud použijeme výpočet bez započtení tepelných ztrát, dostaneme výsledky viz. tabulka 4 je porovnání kapacit kalorimetru spočtených pro jednotlivé fáze ohřevu.

Když vyneseme hodnoty tepelné kapacity kalorimetru do grafu, v závislosti na střední teplotě, zjistíme, že tepelná kapacita kalorimetru neustále roste a díky zvětšující se teplotní diferenci, roste i její směrnice viz obrázek.

Abychom se zbavili tepelných ztrát, bylo by možné použít více možností. Jednou z nich by bylo opravit počáteční a koncovou teplotu ve fázi ohřívání. Tím, že dochází ke ztrátě nebo naopak přijímání tepla, počáteční a koncová teplota jsou touto chybou ovlivněny. Opravit teplotu by bylo možné pomocí průběhu okolních částí grafu, kdy bychom výsledné teploty vypočítali z jejich regrese při střední teplotě měření. Skript by pak vypadal takto.



Obrázek 39: Průběh závislosti teploty na čase při otáčkách  $400 \text{ s}^{-1}$  a tepelném výkonu  $40 \text{ W}$ .

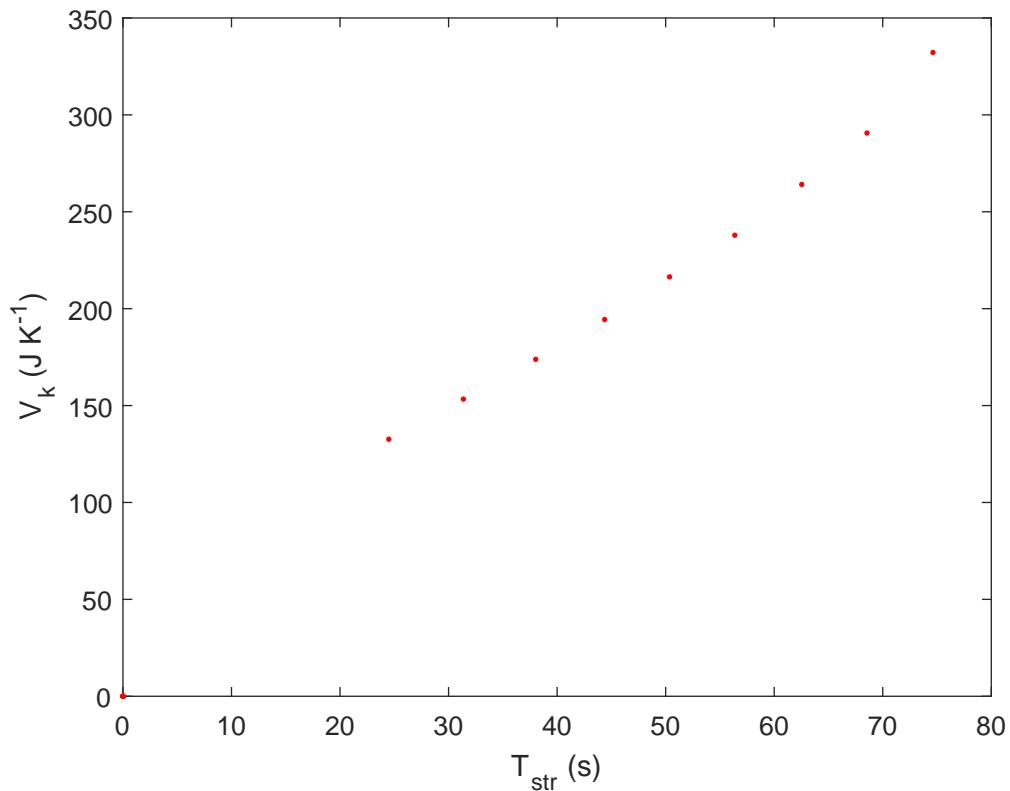
Tabulka 4: Srovnání vypočtených hodnot tepelné kapacity kalorimetru.

| Číslo úseku | $T_{str}$ | $c_p(\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1})$ | $V_k(\text{J K}^{-1})$ |
|-------------|-----------|---------------------------------------|------------------------|
| 2           | 24,496    | 4181,8                                | 132,62                 |
| 4           | 31,367    | 4179,8                                | 153,32                 |
| 6           | 38,031    | 4179,5                                | 173,86                 |
| 8           | 44,381    | 4180,2                                | 194,4                  |
| 10          | 50,359    | 4181,7                                | 216,4                  |
| 12          | 56,37     | 4183,7                                | 237,9                  |
| 14          | 62,537    | 4186,3                                | 264,1                  |
| 16          | 68,549    | 4189,4                                | 290,63                 |
| 18          | 74,627    | 4193,1                                | 332,2                  |

```
% Merna tepelna kapacita
cp = (P/dTdt - V_k)/M;
fprintf('cp = %.3f J/(kg K)\n\n', cp)
```

Nevýhodou je, že by bylo nutné mít zaznamenané přesné doby zapnutí a vypnutí ohřevu, což v našem případě by znamenalo tyto hodnoty pouze odhadnout a tím by jsme se dopustili chyby.

Dalším přístupem by mohlo být, že v případě, kdy by teplota okolí byla přesně mezi počáteční a koncovou teplotou ohřevu, okolní křivky popisující tepelné ztráty by měli stejnou směrnici, pouze s opačnými znaménky. Přijaté teplo před zapnutím samotného ohřevu by se tak vykrátilo s teplem odvedeným po ohřevu a tepelná kapacita kalorimetru by byla možná určit pouze z části grafu, kdy dodáváme teplo. V Matlabu by to šlo zapsat takto:



Obrázek 40: Závislost tepelné kapacity kalorimetru na střední teplotě bez započtení ztrát.

```

for mer2 = 2:2:18

dTdtopr = B_beta(mer2,1) - (B_beta(mer2-1,1) + B_beta(mer2+1,1));

%Tepelna kapacita kalorimetru
vk = P/dTdtopr-M*cpW;
fprintf('vk = %.3f J/K\n\n',vk)

end

```

Zde nastává chyba v tom, že teplo do systému není dodáváno pouze topnou spirálou, potažmo přijímáno z okolí, ale dochází také k disipaci tepla od míchadla. Je li tedy teplota okolí přesně střední hodnota teploty při měření, počáteční nárůst teploty před zapnutím ohřevu by byl díky disipaci strmější a naopak pokles teploty po vypnutí ohřevu by byl pozvolnější.

## 5 Závěr

V této práci je popsán návrh laboratorního elektrického kalorimetru pro měření širokého spektra kapalných látek ve větším množství. V úvodu práce je provedena rešerše zaměřená na jednotlivé kalorimetrické metody. Dále jsou v rešerši popsány vybrané druhy kalorimetrů, které se běžně v praxi používají. Vzhledem ke konstrukci elektrického kalorimetru, pokračuje rešerše popisem procesu míchání a na závěr jsou zmíněny tři možné metody vyhodnocování měření na elektrickém kalorimetru.

V návrhové části jsou popsány dva návrhy konstrukce kalorimetru, v závislosti na objemu kalorimetrické nádoby. První návrh počítá s využitím Dewarovy nádoby o objemu 1 l. Pro zvolený typ míchadla, modelovou látku a předpokládané maximální otáčky byl proveden výpočet potřebného výkonu pohonu, načež byl vybrán elektromotor od firmy MOONS o výkonu 60 W. Dále byl proveden výpočet pro stanovení minimálního průměru hřídele, který byl potřebný na návrh celého míchacího zařízení. Při znalosti rozměrů pohonu a průměru hřídele bylo možné zvolit uložení a následně dokreslit veškeré komponenty pro montáž míchadla, tj. hřídele, ložiskového domku a víčka ložiskového domku. Dále byla navržena vestavba kalorimetru skládající se z desky oddělující kapalinu a na níž by byla uchycena topná spirála.

Druhý návrh vychází z podmínky, že objem měřené látky by se měl pohybovat kolem 2 l. Při výpočtu potřebného výkonu pohonu bylo zjištěno, že hodnoty vychází řádově stejně jako v prvním návrhu. Hřídel míchadla vzhledem k menší délce a většímu průměru míchadla vyšla nižší než v prvním návrhu a tak byl návrh proveden za použití stejného míchacího zařízení, vyjma hřídele. Vestavba zde nebyla nutná a tak topná spirála by byla spojena přímo s víčkem.

Pro experiment se nechal vyrobit ložiskový domek, víčko ložiskového domku a veškeré části hřídele podle výkresové dokumentace. Víčko kalorimetru a deska pro uchycení topné spirály byly vyrobeny z plastu, aby bylo do prototypu možno přidělat potřebné díry pro umístění teploměrů a pro vyvedení vodičů z nádoby. Topné těleso se poskládalo z nerezových tyčí, odpornového drátu ze slitiny niklu a chromu a teflonového nosiče spirály.

Na kalorimetru byla provedena měření vody, aby bylo možné stanovit vlastní tepelnou kapacitu. Bylo zjištěno, že stanovený průběh vlastní tepelné kapacity je závislý na podmírkách měření, tj. otáčkách a teplotě okolí.

Během ověřovacích měření na kalorimetru, která byla prováděna s pomocí vody a nízkokoncentrovaného vodného roztoku glycerinu bylo ověřeno, že s pomocí stanovených vlastností kalorimetru, tj. jeho vlastní tepelné kapacity, naměřené hodnoty reprodukují tabulkové hodnoty měrné tepelné kapacity s přesností do 10 %. Při těchto měření však bylo nutné zachovat stejné podmínky za nichž probíhalo stanovení vlastní tepelné kapacity kalorimetru.

Při návrhu, výrobě a následném měření jsem získal poznatky, které budou implementovány do konečného návrhu a výroby, zbylých komponent.

- Nerezové víčko kalorimetru navrhoji vyrobit podle plastového prototypu, kde se již povedlo určit vhodná místa pro vývody vodičů a zavádění odpornových teploměrů.
- Vnitřní plastová deska doporučuji nahradit nenasákovým izolantem, který by byl sevřený mezi dvěma nerezovými plechy s tím, že vrtání by bylo provedeno podle prototypu.
- Teflonový nosič topné spirály doporučuji nahradit sofistikovanějším tak, aby spirála neměla tendenci zvětšovat na jedné straně svůj průměr a zároveň bylo možné jednodušší spojení s přívodními vodiči. Nerezové vodiče by se nahradily měděnými.
- Pro měření teploty by bylo vhodnější použít teplotní senzor s rychlejší odezvou, nežli má teploměr Pt100 použity při experimentu. Časová konstanta, kterou jsem se pokoušel při měření stanovit vycházela v desítkách sekund
- Je třeba nechat vyrobit kotvové míchadlo, aby bylo možné studovat i značně viskózní látky.

- Bylo by vhodné nalézt a vyzkoušet další metody vyhodnocení, které by braly v potaz disipaci energie od míchadla a tepelné ztráty tak. Bylo by pak možné stanovit vlastní kapacitu kalorimetru, která by se dala použít i při rozdílných podmírkách měření.

## Seznam použité literatury

- Bagatskii, M. I., Sumarokov, V. V., Dolbin, A. V. A simple low-temperature adiabatic calorimeter for small samples. *Low Temperature Physics*, 2011, roč. 37, Č. 5, s. 424–426.
- Brož, J. a. k. *Základy fyzikálních měření*. Státní pedagogické nakladatelství, 1983
- Czichos, H., Saito, T., Smith, L. *Springer Handbook of Metrology and Testing*. Springer Handbooks. Springer Berlin Heidelberg, 2011. ISBN 9783642166419
- Ditl, P., Novák, V. Dimenzování hřidelů míchacích zařízení. [http://users.fs.cvut.cz/tomas.jirout/vyuka/p2\\_hmp/dhmz.pdf](http://users.fs.cvut.cz/tomas.jirout/vyuka/p2_hmp/dhmz.pdf), 1999. Cit. 11. 12. 2019.
- Fujimori, H., Oguni, M. Construction of an adiabatic calorimeter at low temperatures and glass transition of crystalline 2-bromothiophene. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1993, roč. 54, Č. 2, s. 271 – 280. ISSN 0022-3697.
- Fyzikální praktikum. Tepelné vlastnosti kapalin - elektrický kalorimetru. [https://www.physics.muni.cz/kof/vyuka/fp1\\_06.pdf](https://www.physics.muni.cz/kof/vyuka/fp1_06.pdf), 2016. Cit. 13. 1. 2020.
- Gruzdev, V. A., Shumskaya, A. I. A simple continuous flow calorimeter for measuring the specific heat of gases. *Journal of engineering physics*, 1967, roč. 13, s. 31–36.
- Hansen, L. D., Hart, R. H., Chen, D. M., Gibbard, H. F. High-temperature battery calorimeter. *Review of Scientific Instruments*, 1982, roč. 53, Č. 4, s. 503–506.
- Horák, Z. *Praktická fysika*. SNTL, 1958
- Ibrahim, S., Wong, S. D., Baker, I. F., Zamzam, Z., Sato, M., Kato, Y. Influence of geometry and slurry properties on fine particles suspension at high loadings in a stirred vessel. *Chemical Engineering Research and Design*, 2015, roč. 94, s. 324–336.
- Jessup, R. S. A New Bunsen-Type Calorimeter. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 1955, roč. 55, Č. 6, s. 317–322.
- Mali, R., Patwardhan, A. Characterization of onset of entrainment in stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 2009, roč. 87, Č. 7, s. 951 – 961. ISSN 0263-8762.
- Paul, E., Atiemo-Obeng, V., Kresta, S. *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Č. sv. 1 In *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice*. Wiley, 2003. ISBN 9780471269199
- Prałat, K. Comparison of Electrocalorimetric and Cooling Methods to Determine Specific Heat of Aqueous Solutions of the Sodium Salt Carboxymethylcellulose. *Arab J Sci Eng*, 2015, roč. 40, s. 3409–3415.
- Privalov, P., Plotnikov, V., Filimonov, V. Precision scanning microcalorimeter for the study of liquids. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 1975, roč. 7, Č. 1, s. 41 – 47. ISSN 0021-9614.
- Richards, T. W., Henderson, L. J., Forbes, G. S. Über die Elimination von thermometrischer Nachwirkung und zufälligen Wärmeverlusten in der Kalorimetrie. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 1905, roč. 52U, s. 551–568.
- Rieger, F., Novák, V., Jirout, T. *Hydromechanické procesy II*. Nakladatelství ČVUT, 2005. ISBN 978-80-01-03302-9
- Rouquerol, J., Zielenkiewicz, W. Suggested practice for classification of calorimeters. *Thermochimica Acta*, 1986, roč. 109, Č. 1, s. 121 – 137. ISSN 0040-6031.
- Stull, D. R. An automatic adiabatic low temperature calorimeter. *Analytica Chimica Acta*, 1957, roč. 17, s. 133 – 143. ISSN 0003-2670.

West, E., Ginnings, D. An Adiabatic Calorimeter for the Range 30 to 500 C. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 1958, roč. 60, č. 4, s. 309–316.

Zielenkiewicz, W., Margas, E. *Theory of Calorimetry*. Hot Topics in Thermal Analysis and Calorimetry. Springer Netherlands, 2006. ISBN 9780306484186

## Seznam použitých symbolů

|                                       |   |
|---------------------------------------|---|
| $a$                                   | směrnice, —   |
| $c$                                   | měrná tepelná kapacita, $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$                        |
| $c_1, c_2$                            | měrná tepelná kapacita rozdílných láttek, $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$      |
| $c_p$                                 | měrná tepelná kapacita při konstantním tlaku, $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$  |
| $c_V$                                 | měrná tepelná kapacita při konstantním objemu, $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$ |
| $C$                                   | tepelná kapacita, $\text{J K}^{-1}$   |
| $C_p$                                 | tepelná kapacita při konstantním tlaku, $\text{J K}^{-1}$                       |
| $C_V$                                 | tepelná kapacita při konstantním objemu, $\text{J K}^{-1}$                      |
| $H$                                   | entalpie, J   |
| $I$                                   | elektrický proud protékající topnou spirálou, A                                 |
| $I_1, I_2$                            | elektrický proud protékající topnou spirálou při různých měření, A              |
| $k_1, k_2$                            | součinitel pro lehký a těžký provoz, —  |
| $m$                                   | hmotnost měřené látky, kg   |
| $M_k$                                 | krouticí moment, N m  |
| $M_{km}$                              | krouticí moment na motoru, N m  |
| $n$                                   | otáčky míchadla, $\text{min}^{-1}$  |
| $p$                                   | tlak, Pa  |
| $P$                                   | příkon míchadla, W  |
| $Po$                                  | příkonové číslo, —  |
| $P_{el}$                              | elektrická energie, Pa  |
| $P_m$                                 | příkon motoru, W  |
| $P(t)$                                | funkce popisující akumulaci tepelné energie, —                                  |
| $P_1(t)$                              | studovaná tepelné energie, —  |
| $P_1(t)$                              | kompenzační tepelné energie, —  |
| $Q$                                   | teplo, J  |
| $Q_p$                                 | teplo při izobarickém ději, J   |
| $Q_V$                                 | teplo při izochorickém ději, J  |
| $Q_1, Q_2$                            | teplo pro dvě různé měření, J   |
| $Q_z$                                 | ztrátové teplo, J   |
| $Re$                                  | Reynoldsovo číslo, —  |
| $t$                                   | čas, s  |
| $t_m$                                 | doba měření, s  |
| $T$                                   | okamžitá teplota, $^{\circ}\text{C}$  |
| $T_0$                                 | počáteční teplota, $^{\circ}\text{C}$   |
| $T_1, T_2$                            | teplota ve dvou stavech, $^{\circ}\text{C}$                                     |
| $T_i, T_k$                            | teplota ve dvou obecných stavech, $^{\circ}\text{C}$                            |
| $T_I, T_{II}, T_{III}$                | střední teplota v části I, II a III, $^{\circ}\text{C}$                         |
| $T_{ok}$                              | teplota okolí, $^{\circ}\text{C}$   |
| $T_r$                                 | rovnovážná teplota, $^{\circ}\text{C}$  |
| $U$                                   | vnitřní energie, J  |
| $U_1, U_2$                            | vnitřní energie ve dvou stavech, J  |
| $U$                                   | napětí na topné spirále, V  |
| $U_1, U_2$                            | napětí na topné spirále při různých měření, V                                   |
| $V_1, V_2$                            | objem v různých stavech, $\text{m}^3$   |
| $V_k$                                 | tepelná kapacita kalorimetru, $\text{J K}^{-1}$                                 |
| $W_{obj}$                             | objemová práce, J   |
| $\alpha S$                            | součinitel chladnutí, $\text{J K}^{-1} \text{s}^{-1}$                           |
| $\Delta$                              | minutový pokles, $^{\circ}\text{C s}^{-1}$                                      |
| $\Delta_i, \Delta_k$                  | minutový pokles při dvou fázích měření, $^{\circ}\text{C s}^{-1}$               |
| $\Delta_I, \Delta_{II}, \Delta_{III}$ | minutový pokles v části I, II a III, $^{\circ}\text{C s}^{-1}$                  |
| $\kappa$                              | redukovaná kapacita kalorimetru, kg   |

$\mu$  dynamická viskozita, Pa s

$\rho$  hustota látky, kg m<sup>-3</sup>

$\tau$  časová konstanta, s

## **Prohlášení**

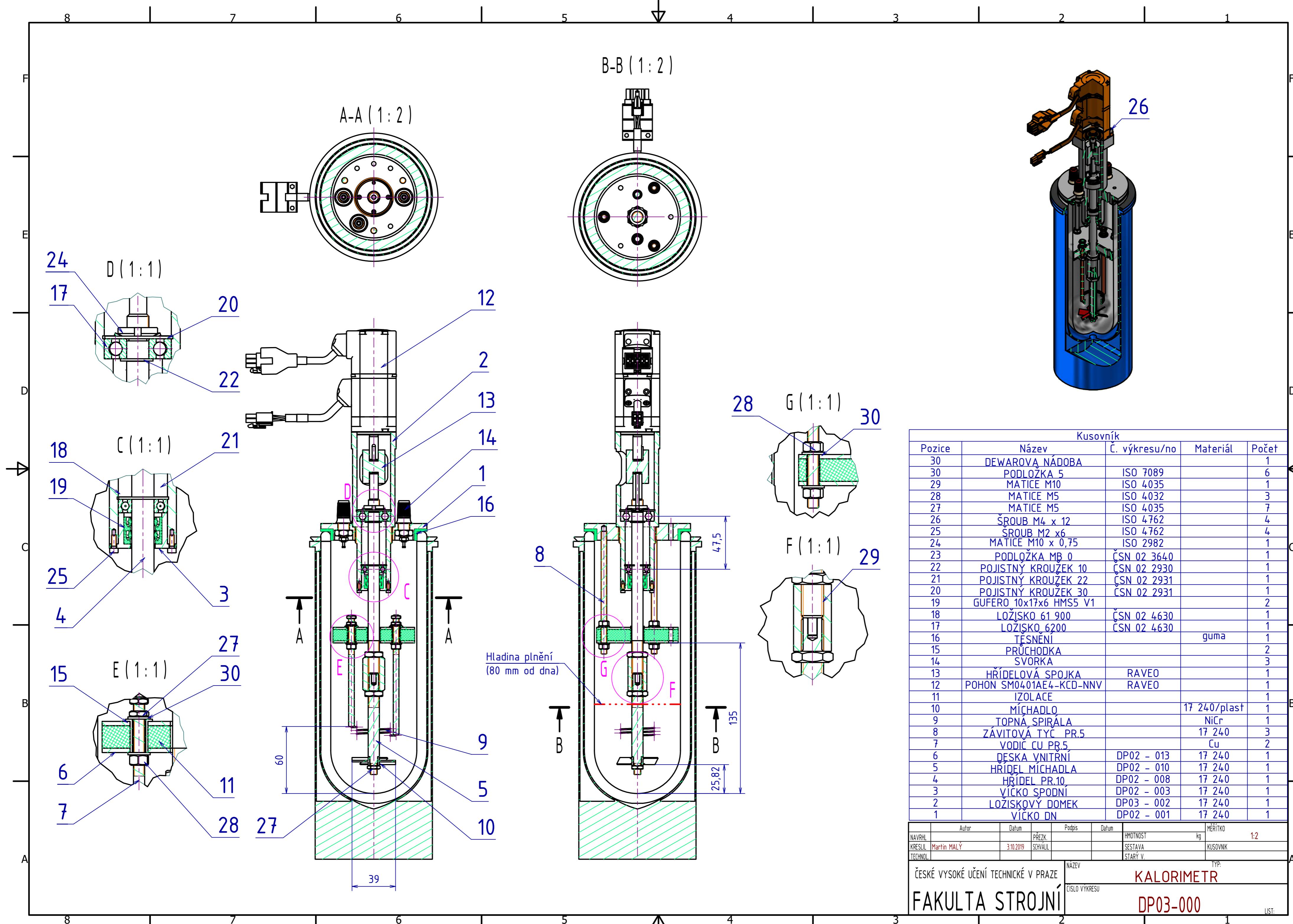
Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.

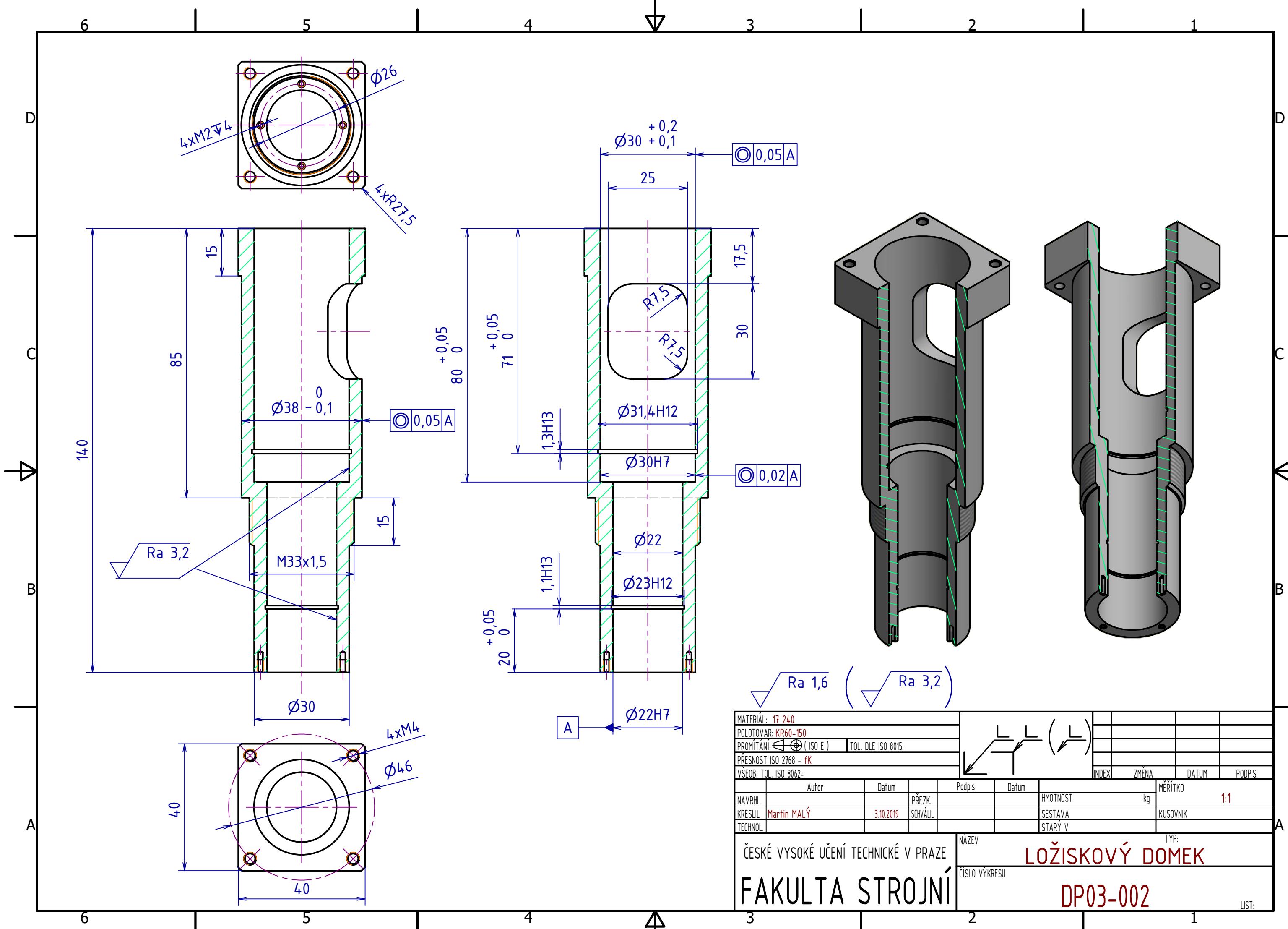
Martin Malý, v. r.,

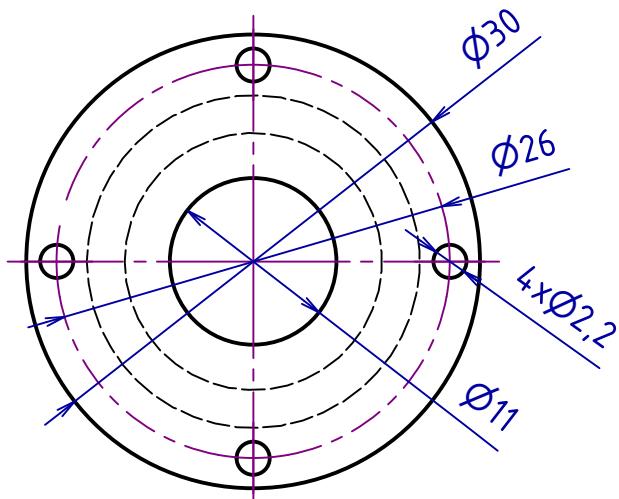
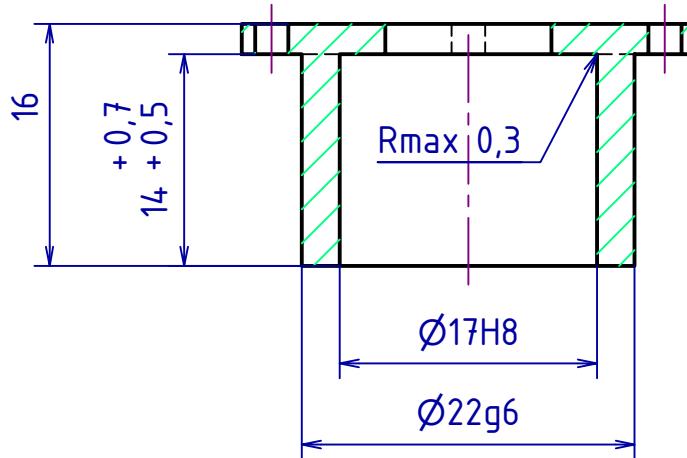
7. února 2020

*Kuba, J.: Metodický pokyn č. 1/2009 O dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací, ČVUT v Praze, 1. července 2009, <https://www.cvut.cz/sites/default/files/content/d1dc93cd-5894-4521-b799-c7e715d3c59e/cs/20190327-metodicky-pokyn-c-12009-o-dodrzovani-etickych-principu-pri-priprave-vysokoskolskych.pdf> [31. července 2019]*

# **Výkresová dokumentace**

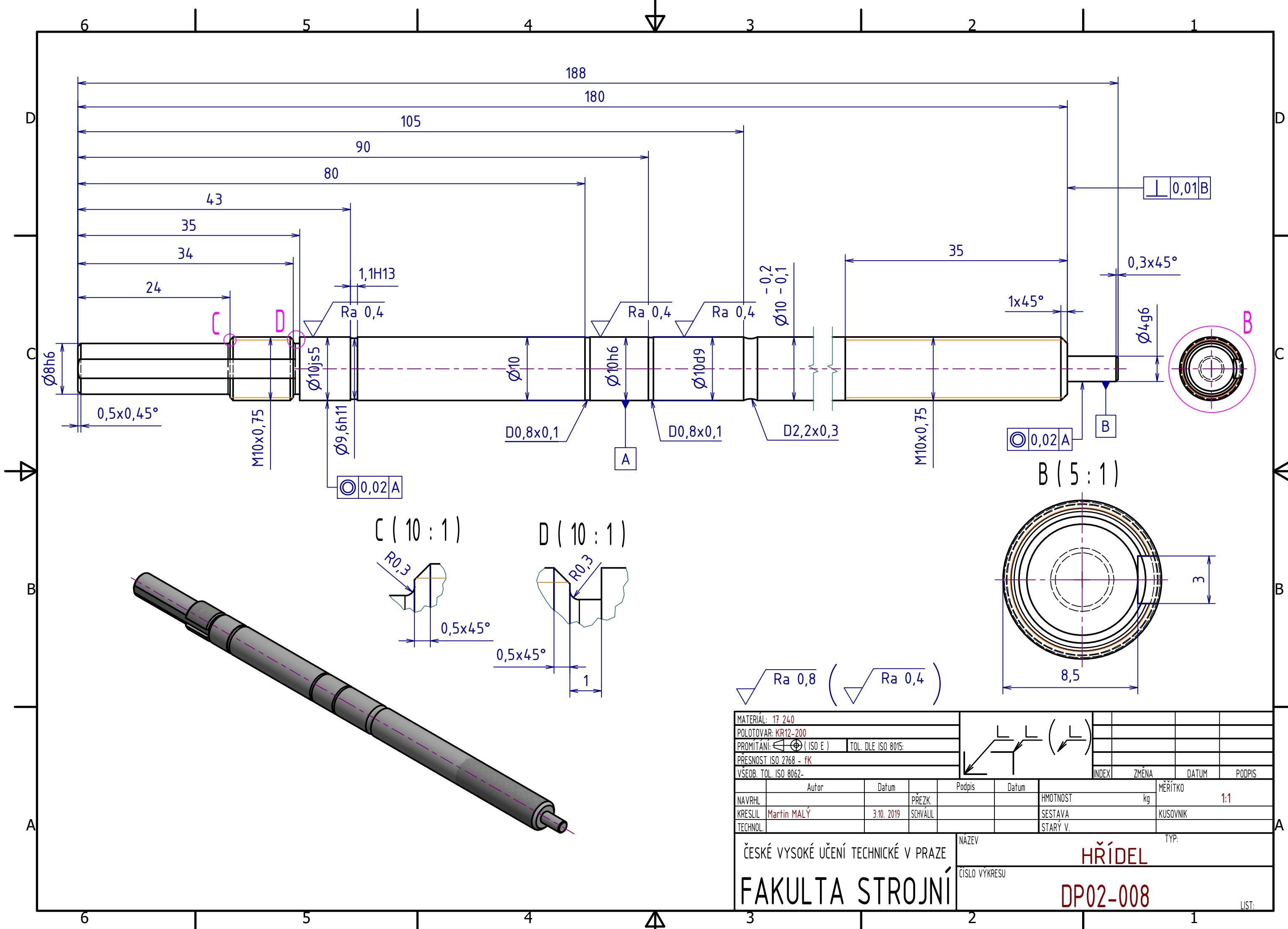


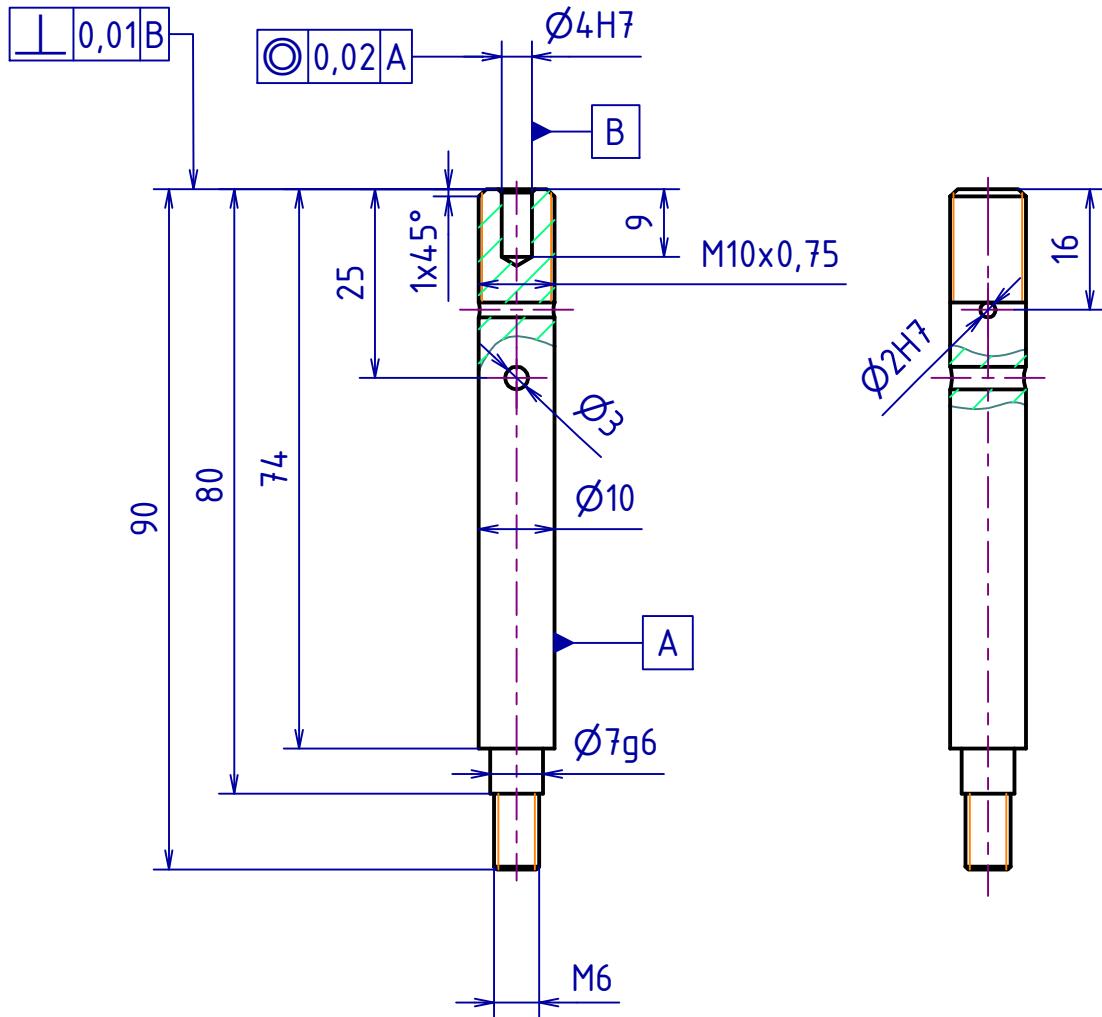




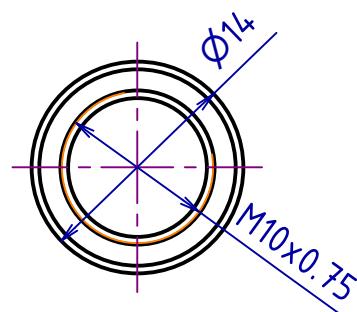
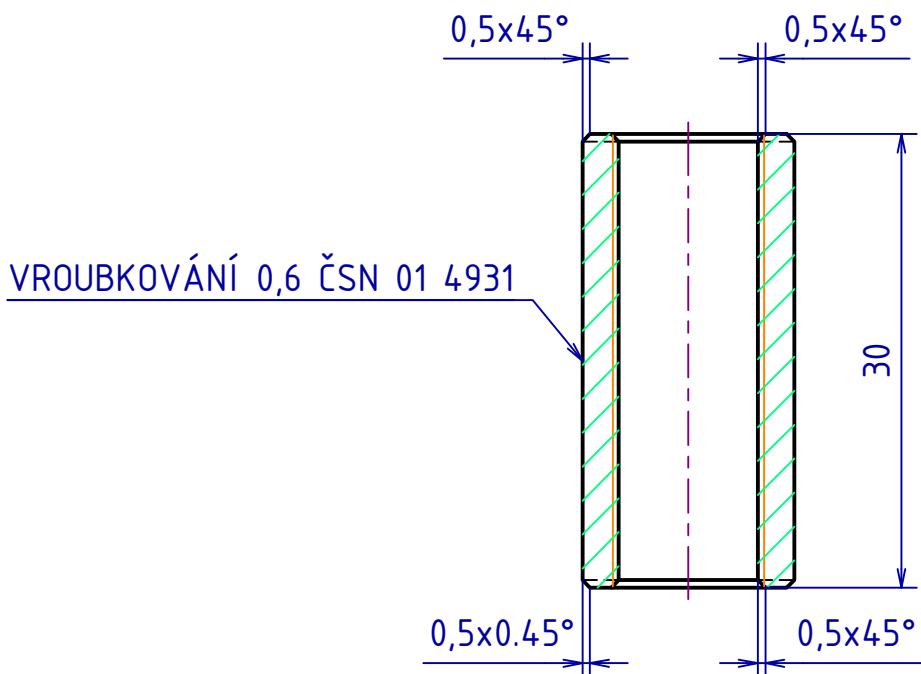
Ra 1,6

|  |                    |           |          |        |               |          |          |          |       |         |
|--|--------------------|-----------|----------|--------|---------------|----------|----------|----------|-------|---------|
| MATERIÁL: 17 240   |                    |           |          |        |               |          |          |          |       |         |
| POLOTOVAR: KR32-23   |                    |           |          |        |               |          |          |          |       |         |
| PROMÍTÁNÍ:  ( ISO E ) | TOL. DLE ISO 8015: |           |          |        |               |          |          |          |       |         |
| PŘESNOST ISO 2768 - fK   |                    |           |          |        |               |          |          |          |       |         |
| VSEOB. TOL. ISO 8062-  |                    |           |          |        |               |          |          |          |       |         |
|  | Autor              | Datum     |          | Podpis | Datum         |          | INDEX    | ZMĚNA    | DATUM | PODIPIS |
| NAVRHL   |                    |           | PŘEZK.   |        |               | HMOTNOST | kg       | MĚŘITKO  | 2:1   |         |
| KRESLIL  | Martin MALÝ        | 3.10.2019 | SCHVALIL |        |               | SESTAVA  |          | KUSOVNIK |       |         |
| TECHNOL.   |                    |           |          |        |               | STARÝ V. |          |          |       |         |
| ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE   |                    |           |          |        | NAZEV         |          | TYP:     |          |       |         |
| FAKULTA STROJNÍ  |                    |           |          |        | VÍČKO SPODNÍ  |          |          |          |       |         |
|  |                    |           |          |        | CÍSLO VÝKRESU |          | DP02-003 |          |       |         |





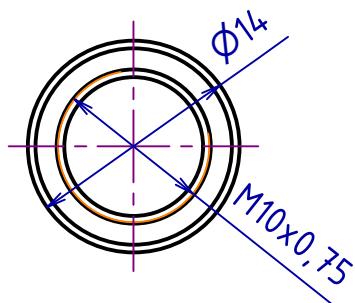
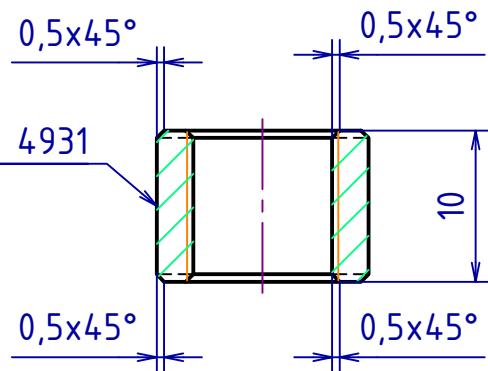
|   |                 |           |          |          |       |             |          |
|---|-----------------|-----------|----------|----------|-------|-------------|----------|
| MATERIÁL: 17 240                        |                 |           |          |          |       |             |          |
| POLOTOVAR: KR12-95                      |                 |           |          |          |       |             |          |
| PROMÍTÁNÍ: ( ISO E ) TOL. DLE ISO 8015: |                 |           |          |          |       |             |          |
| PŘESNOST ISO 2768 - fK                  |                 |           |          |          |       |             |          |
| VÝEOB. TOL. ISO 8062-                   |                 |           |          | ( L )    | INDEX | ZMĚNA       | DATUM    |
| NAVHL                                   | Autor           | Datum     | Přezk.   | Podpis   | Datum | Hmotnost kg | Měřítko  |
| KRESLIL                                 | Martin MALÝ     | 3.10.2019 | SCHVÁLIL |          |       | SESTAVA     | KUSOVNIK |
| TECHNOL.                                |                 |           |          |          |       | STARÝ V.    |          |
| ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE    | NÁZEV           |           |          | TYP:     |       |             |          |
| FAKULTA STROJNÍ                         | HŘÍDEL MÍCHADLA |           |          | DP02-010 |       |             |          |
|   | CÍSLO VÝKRESU   |           |          | LIST:    |       |             |          |



$R_a$  1,6

| MATERIÁL: 17 240                     |           | POLOTOVAR: KR15-32    |        | PROMÍTÁNÍ: ( ISO E ) TOL. DLE ISO 8015: |  |                  |  |       |       |       |             |
|--------------------------------------|-----------|-----------------------|--------|---|--|------------------|--|-------|-------|-------|-------------|
| PRESNOST ISO 2768 - mK               |           | VŠEOB. TOL. ISO 8062- |        |   |  |                  |  |       |       |       |             |
| Autor                                | Datum     | Přezk.                | Podpis | Datum                                   |  |                  |  | INDEX | ZMĚNA | DATUM | PODPIS      |
| NAVRHL                               |           |                       |        |   |  |                  |  |       |       |       | MĚŘITKO 2:1 |
| KRESLIL Martin MALÝ                  | 1.11.2019 | SCHVÁLIL              |        |   |  |                  |  |       |       |       |             |
| TECHNOL.                             |           |                       |        |   |  |                  |  |       |       |       |             |
| ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE |           |                       |        | NÁZEV                                   |  | Spojovací matice |  |       |       |       |             |
| FAKULTA STROJNÍ                      |           |                       |        | TYP:                                    |  |                  |  |       |       |       |             |
|                                      |           |                       |        | CÍSLO VÝKRESU                           |  | DP03-023         |  |       |       |       |             |
|                                      |           |                       |        | LIST:                                   |  |                  |  |       |       |       |             |

VROUBOVÁNÍ 0,6 ČSN 01 4931



Ra 1,6

| MATERIÁL: 17 240                     |             | POLOTOVAR: KR15-12    |          | PROMÍTÁNÍ: ( ISO E ) TOL. DLE ISO 8015: |       |                         |    |       |       |       |          |         |  |
|--------------------------------------|-------------|-----------------------|----------|---|-------|-------------------------|----|-------|-------|-------|----------|---------|--|
| PŘESNOST ISO 2768 - mK               |             | VŠEOB. TOL. ISO 8062- |          |   |       |                         |    |       |       |       |          |         |  |
| NAVRHL                               | Autor       | Datum                 | PŘEZK.   | Podpis                                  | Datum | HMOTNOST                | kg | INDEX | ZMĚNA | DATUM | PODPIS   | MĚŘITKO |  |
|                                      |             |                       |          |   |       |                         |    |       |       |       |          | 2:1     |  |
| KRESLIL                              | Martin MALÝ | 1.11.2019             | SCHVÁLIL |   |       | SESTAVA                 |    |       |       |       | KUSOVNIK |         |  |
| TECHNOL.                             |             |                       |          |   |       | STARÝ V.                |    |       |       |       |          |         |  |
| ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE |             |                       |          | NÁZEV                                   |       | Spojovací matice - malá |    |       |       | TYP:  |          |         |  |
| FAKULTA STROJNÍ                      |             |                       |          | CÍSLO VÝKRESU                           |       | DP03-024                |    |       |       | LIST: |          |         |  |