DIN 51900:2023-12 (D)

Prüfung fester und flüssiger Brennstoffe - Bestimmung des Brennwertes mit dem Bombenkalorimeter und Berechnung des Heizwertes

Inhalt

Seite

Vorwort ... 7

1 Anwendungsbereich ... 9

2 Normative Verweisungen ... 9

3 Begriffe ... 10

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens ... 10

5 Grundlagen und Definitionen ... 11
5.1 Grundlagen ... 11
5.2 Brennwert bei konstantem Volumen (Hov) ... 11
5.3 Heizwert bei konstantem Druck (Hup) ... 12
5.4 Heizwert bei konstantem Volumen (Huv) ... 12
5.5 Referenztemperatur ... 12
5.6 Wärmekapazität des Kalorimeters (C) ... 12
5.7 Fremde Wärmemenge, Fremdenergie (QZ) ... 13
5.8 Adiabatisches Kalorimeter ... 13
5.9 Isoperiboles Kalorimeter und Kalorimeter mit statischem Mantel ... 13
5.10 Aneroidkalorimeter ... 13

6 Geräte ... 14
6.1 Allgemeines ... 14
6.2 Kalorimetrische Bombe ... 14
6.3 Halterung für Bombendeckel ... 15
6.4 Temperaturmesseinrichtung ... 15
6.5 Sauerstoff-Einfülleinrichtung mit Druckmesser und Druckminderer ... 15
6.5.1 Druckregler ... 15
6.5.2 Sicherheitsventil oder Berstscheibe ... 15
6.6 Pellet-Presse (Laborpresse) zum Herstellen von Presslingen mit etwa 10 mm bis 13 mm Durchmesser ... 15

7 Chemikalien und Hilfsmittel ... 16
7.1 Sauerstoff ... 16
7.2 Zündmittel ... 16
7.2.1 Zünddraht ... 16
7.2.2 Baumwollfaden ... 16
7.2.3 Paraffinstreifen ... 16
7.3 Verbrennungstiegel ... 16
7.4 Verbrennungshilfsmittel ... 17
7.4.1 Randbedingungen zum Einsatz ... 17
7.4.2 Verbrennungstüten ... 17
7.4.3 Acetobutyratkapseln ... 17
7.4.4 Gelatinekapseln ... 17
7.4.5 Weitere Verbrennungshilfsmittel ... 18
7.5 Referenzmaterial ... 18
7.5.1 Benzoesäure ... 18
7.5.2 Andere Prüfsubstanzen (keine Kalibriersubstanzen) ... 18
7.6 Standardmaßlösungen und Indikatoren ... 19

8 Probenahme, Probenvorbereitung und ergänzende Untersuchungen ... 19

8.1 Feste Brennstoffe ... 19
8.2 Andere feste Stoffe ... 20
8.3 Flüssige Brennstoffe ... 20
9 Füllen der kalorimetrischen Bombe ... 20
9.1 Vorbereitung der Probe für den Versuch ... 20
9.1.1 Allgemeines ... 20
9.1.2 Feste Brennstoffe ... 20
9.1.3 Andere feste Stoffe ... 20
9.1.4 Flüssige Brennstoffe ... 20
9.1.5 Andere flüssige Stoffe ... 21
9.2 Befüllung der kalorimetrischen Bombe ... 21
10 Durchführung ... 23
11 Sicherheitshinweise ... 23
12 Berechnungen der thermochemischen Korrekturen ... 24
12.1 Grundlagen ... 24
12.2 Ermittlung von Q_S ... 24
12.2.1 Ermittlung von Q_S aus dem Schwefelgehalt ... 24
12.2.2 Ermittlung von Q_S aus der entstandenen Schwefelsäure ($SO42$ —-Bestimmung) ... 24
12.3 Ermittlung von Q_N ... 25
12.3.1 Ermittlung von Q_N aus dem Stickstoffgehalt ... 25
12.3.2 Ermittlung von Q_N, aus der entstandenen Salpetersäure ($NO3$ —-Bestimmung) ... 25
12.4 Ermittlung von Q_N, und Q_S durch Titration mit Bariumhydroxidlösung und Salzsäurelösung ... 25
12.5 Ermittlung von Q_N durch Titration der Gesamt-Azidität mit Natronlauge, bei der Kalibration mit Benzoesäure ... 26
12.6 Ermittlung von $Q_{N,S}$ durch Titration der Gesamt-Azidität mit Natronlauge ... 26
12.7 Ermittlung thermochemischer Korrekturen aus den Halogengehalten von Q_F, Q_{Cl}, Q_{Br} und Q_I ... 26
13 Bestimmung der Wärmekapazität C des Kalorimeters ... 27
14 Überprüfung der Kalibrierungen mit Regelkarten ... 28
15 Überprüfung der Linearität ... 29
16 Angabe des Ergebnisses ... 30
17 Bezugszustände ... 31
18 Berechnung des Brennwertes $H_{ov(an)}$ (konstantes Volumen) ... 31
19 Berechnung des Heizwertes Hup$_{(an)}$ (konstanter Druck) ... 31
20 Berechnung des Heizwertes Huv (konstantes Volumen) ... 32
21 Berechnung Brennwert und Heizwert für flüssige Stoffe ... 33
22 Umrechnung des Ergebnisses auf verschiedene Bezugszustände ... 34
23 Präzision des Verfahrens ... 36
23.1 Allgemeines ... 36
23.2 Wiederholgrenze ... 36
23.3 Vergleichsgrenze ... 36
24 Prüfbericht ... 37
Anhang A (normativ) Adiabatisches Bombenkalorimeter ... 38
A.1 Kurzbeschreibung des Verfahrens ... 38
A.2 Geräte ... 38
A.2.1 Allgemeines ... 38
A.2.2 Kalorimetergefäß ... 39
A.2.3 Kalorimetermantel ... 39

A.2.4 Rührwerk ... 39
A.2.5 Temperaturmesseinrichtung ... 39
A.2.6 Elektrische Zündeinrichtung ... 39
A.2.7 Temperaturregler ... 39
A.3 Prüfbedingungen ... 39
A.4 Durchführung ... 40
A.4.1 Allgemeines ... 40
A.4.2 Ablauf der Messungen ... 40
A.5 Auswertung ... 40
A.5.1 Temperaturerhöhung ... 40
A.5.2 Wärmekapazität C ... 41
A.5.3 Brennwert Hov ... 41
A.5.4 Heizwert Hup ... 41
A.6 Beispielhafte Auswertung ... 43
A.6.1 Berechnung der Wärmekapazität C ... 43
A.6.2 Berechnung des Brennwertes Hov ... 44

Anhang B (normativ) Isoperiboles Bombenkalorimeter und Bombenkalorimeter mit statischem Mantel (static-jacket Kalorimeter) ... 45
B.1 Anwendungsbereich ... 45
B.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens ... 45
B.3 Geräte ... 45
B.3.1 Allgemeines ... 45
B.3.2 Kalorimetergefäß ... 46
B.3.3 Kalorimetermantel ... 46
B.3.4 Rührwerk ... 46
B.3.5 Temperaturmesseinrichtung ... 46
B.3.6 Elektrische Zündeinrichtung ... 46
B.4 Prüfbedingungen ... 46
B.5 Durchführung ... 47
B.5.1 Allgemeines ... 47
B.5.2 Ablauf der Messungen ... 47
B.6 Auswertung ... 48
B.6.1 Korrigierte Temperaturerhöhung Δt nach Regnault-Pfaundler ... 48
B.6.2 Wärmekapazität C ... 49
B.6.3 Brennwert Hov ... 49
B.6.4 Heizwert Hup ... 50
B.7 Berechnungsbeispiel eines Versuchablaufs ... 50
B.8 Beispielhafte Auswertung ... 52
B.8.1 Abkühlkonstante θ ... 52
B.8.2 Temperaturberichtigung ε ... 52
B.8.3 Berichtigte Temperaturerhöhung Δt ... 53
B.8.4 Berechnung der Wärmekapazität C ... 53
B.8.5 Berechnung des Brennwertes Hov ... 53

Anhang C (informativ) Gegenüberstellung der Symbole und Faktoren ... 55

Anhang D (informativ) Berechnungsbeispiele feste Brennstoffe für den Brennwert Hov und für den Heizwert Hup und Huv ... 61

Anhang E (informativ) Berechnungsbeispiel für flüssige Stoffe für den Brennwert Hov und für den Heizwert Hup und Huv ... 67

Anhang F (normativ) Beispiele für die Auswirkung von Änderungen der Versuchsbedingungen ... 70

Anhang G (normativ) Halogenhaltige Brennstoffe ... 72
G.1 Einleitung und Anwendungsbereich ... 72
G.2 Definition des Endzustandes ... 72
G.3 Thermochemische Korrekturen aus den Halogengehalten ... 72
G.4 Berechnung des Brennwertes Hov ... 73
G.5 Korrektur des Wasserstoffs für die Berechnung des Heizwertes ... 73

G.6 Berechnung des Heizwertes bei konstantem Druck $H\mathrm{up}_{(an)}$ ... 74
G.7 Berechnung des Heizwertes bei konstantem Volumen ... 75

Literaturhinweise ... 76

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellungen kalorimetrischer Bomben ... 14

Bild 2 — Beispiel für Pellet-Presse (Laborpresse) ... 15

Bild 3 — Beispielhafte Form und Maße der Verbrennungstiegel und der Tiegelhalterungen ... 17

Bild 4 — Beispielhafte Formen für Verbrennungstüte (links), Acetobutyratkapsel (mitte) und Gelatinekapsel (rechts) ... 18

Bild 5 — Beispiele zur Verbindung von Zünddraht und Baumwollfaden mit der Probe ... 22

Bild 6 — Beispiel einer Regelkarte zur Kalibrierungsüberprüfung mit Benzoesäure ... 29

Bild 7 — Beispiel einer Regelkarte zur Überprüfung der Linearität ... 30

Bild A.1 — Schematische Darstellung eines adiabatischen Bombenkalorimeters ... 38

Bild A.2 — Beispiel für eine Zeit-Temperatur-Kurve ... 43

Bild B.1 — Schematische Darstellung eines Bombenkalorimeters mit isoperibolem Kalorimetermantel ... 46

Bild B.2 — Beispiel für eine Zeit-Temperatur-Kurve ... 52

Tabellen

Tabelle 1 — Beispielwerte zu Einwaagen, Temperaturanstieg und Brennwert ... 30

Tabelle 2 — Umrechnen des Brennwertes $H\mathrm{ov}$ auf verschiedene Bezugszustände ... 34

Tabelle 3 — Umrechnen des Heizwertes $H\mathrm{up}$ auf verschiedene Bezugszustände ... 35

Tabelle 4 — Wiederhol- und Vergleichsgrenze für den Brennwert $H\mathrm{ov}_{(wf)}$ ... 37

Tabelle A.1 — Messergebnisse, Zeiten und Temperaturen ... 42

Tabelle B.1 — Messergebnisse, Zeiten und Temperaturen, Berechnungsbeispiel ... 51

Tabelle D.1 — Beispiel Steinkohle, Wertetabelle für Berechnungen in Tabelle D.2, Tabelle D.3, Tabelle D.4 und Tabelle D.5— Berechnung von $H\mathrm{ov}_{(roh)}$, $H\mathrm{up}_{(roh)}$ und $H\mathrm{uv}_{(roh)}$ ... 63

Tabelle D.2 —Berechnung von $H\mathrm{ov}_{(roh)}$, $H\mathrm{up}_{(roh)}$ und $H\mathrm{uv}_{(roh)}$ ... 63

Tabelle D.3 — Berechnung von $H\mathrm{ov}_{(an)}$, $H\mathrm{up}_{(an)}$ und $H\mathrm{uv}_{(an)}$ ... 63

Tabelle D.4 — Berechnung von $H\mathrm{ov}_{(wf)}$, $H\mathrm{up}_{(wf)}$ und $H\mathrm{uv}_{(wf)}$ ... 64

Tabelle D.5 — Berechnung von $Hov_{(waf)}$, $Hup_{(waf)}$ und $Huv_{(waf)}$ 64

Tabelle D.6 — Beispiel schwachkalorischer Brennstoff mit Brennhilfe, Wertetabelle für Berechnungen in Tabelle D.7, Tabelle D.8, und Tabelle D.9 65

Tabelle D.7 — Berechnung von $Hov_{(roh)}$, $Hup_{(roh)}$ und $Huv_{(roh)}$ 65

Tabelle D.8 — Berechnung von $Hov_{(an)}$, $Hup_{(an)}$ und $Huv_{(an)}$ 65

Tabelle D.9 — Berechnung von $Hov_{(wf)}$, $Hup_{(wf)}$ und $Huv_{(wf)}$ 66

Tabelle E.1 — Beispiel flüssiger Brennstoff (Heizöl EL), Wertetabelle für Berechnungen in Tabelle E.2, Tabelle E.3 und Tabelle E.4 68

Tabelle E.2 — Berechnung von $Hov_{(roh)}$, $Hup_{(roh)}$ und $Huv_{(roh)}$ 69

Tabelle E.3 — Berechnung von $Hov_{(fl)}$, $Hup_{(fl)}$ und $Huv_{(fl)}$ 69

Tabelle E.4 — Berechnung von $Hov_{(wf)}$, $Hup_{(wf)}$ und $Huv_{(wf)}$ 69

Tabelle F.1 — Beispiele für die Auswirkung von Änderungen der Versuchsbedingungen (V = 0,33 L gesetzt) 71

Tabelle F.2 — Brennwert für Benzoesäure in J/g (Standard Sample 39j) 71