

Część doświadczalna

Uruchomienie urządzenia

1. Sprawdzić podłączenie butli z tlenem, odkręcić główny zawór oraz odczytać wartości ciśnienia na manometrach reduktora.
2. Włączyć termostat. Temperatura termostatu powinna być nastawiona na 20°C.
3. Włączyć zasilanie kalorymetru.
4. Włączyć komputer (wybrać oprogramowanie CALWIN)

Wyznaczanie pojemności cieplnej kalorymetru

Pojemność cieplna kalorymetru wyznaczana jest względem substancji wzorcowej, jaką jest kwas benzoesowy. Wymagania jakościowe podane są w części opisującej odczytniki.

5. Przygotowanie próbek wzorca: odważyć ok. 1,0 g kwasu benzoesowego (odważka substancji wzorcowej powinna być tak dobrana, aby wzrost temperatury kalorymetru wyniósł 2-3°C) i sprasować na pastylkę w prasie laboratoryjnej. Matryca prasy i stemple powinny być uprzednio starannie oczyszczone, przemyte acetonem lub alkoholem i wysuszone.
6. Na wadze analitycznej umieścić **czysty i suchy** tygiel pomiarowy bomby kalorymetrycznej, wytarować wagę, po czym w tyglu umieścić (otrzymaną w punkcie 5) pastylkę kwasu benzoesowego i ponownie zważyć zapisując wynik ważenia z dokładnością 0,0001 g (0,1 mg) jako masa wzorca, m_{wz} .
7. Posługując się pipetą jednomiarową nalać do bomby kalorymetrycznej 10,0 cm³ wody destylowanej.
8. Zawiązać nitkę bawełniana na druciku zapłonowym (Rysunek 7.). Tygiel z pastylką zamocować na elemencie podtrzymującym (Rys. 6), koniec nitki umieścić pod pastylką.
9. Głowicę bomby z tygłem delikatnie wsunąć do korpusu bomby, zakręcić nakrętkę.¹ Tak przygotowanej bomby nie można przechylać, powinna być zawsze w pozycji pionowej.
10. Wybrać w programie CALWIN opcję „nowy pomiar” i wprowadzić informacje o próbce (masa, nazwiska wykonujących pomiar).
- 11a. Zawiesić bombę na ramieniu kalorymetru wsuwając ją aż do wyczuwalnego oporu i potwierdzić przyciskiem OK na wyświetlaczu.
- 11b. Wybrać w programie CALWIN opcję „gotowy na pomiar”, następnie „start”.
12. Napełnianie tlenem, stabilizacja kalorymetru oraz pomiar prowadzone są automatycznie. Po zakończeniu bomba zostaje automatycznie wysunięta, należy ją zdjąć i przeprowadzić dekompresję przy użyciu specjalnego uchwyty odpowietrzającego.
13. Otworzyć bombę i sprawdzić, czy nastąpiło całkowite spalenie próbki. Jeśli po otwarciu bomby stwierdzono obecność substancji niespalonych, pomiar należy unieważnić.
14. Ciecz z wnętrza bomby przenieść do kolbki stożkowej, obficie spłukując wodą destylowaną powierzchnie metalowe komory oraz tygiel.
15. Bombę, jej pokrywę oraz tygiel umyć wodą destylowaną i wytrzeć do sucha lub wysuszyć strumieniem powietrza.
16. Roztwór w kolbce ogrzać do wrzenia i gotować przez 5 minut, po czym ochłodzić, dodać 10,00 cm³ 0.1 M NaOH (miano nastawione na 0.1000 M HCl). Dodać fenoloftaleinę i odmiareczkować nadmiar NaOH roztworem 0.1000 M HCl.

Obliczyć stałą kalorymetru, korzystając z odpowiednich wzorów

17. Wyznaczyć przyrost temperatury ΔT_{kal} (wg wzorów X12) z uwzględnieniem poprawki zdefiniowanej wzorem X13. (patrz przykładowe obliczenie ΔT_{kal} : w rozdziale pt. *Przykłady obliczeń*)

¹ Nie trzeba usuwać powietrza przed napełnianiem bomby tlenem. Wyniki pomiaru są korygowane (pod względem ilości azotu) na podstawie analizy ilości wytworzonego kwasu azotowego.

18. Obliczyć pojemność cieplną kalorymetru na podstawie wzoru X15, uwzględniając masę próbki, poprawkę na ciepło spalania nitki bawełnianej oraz poprawkę na ciepło spalania azotu.

(patrz przykładowe obliczenie K w rozdziale pt. *Przykłady obliczeń*)

18. Czynności z punktów 5-17 powtórzyć trzykrotnie za każdym razem obliczając stałą K . Za wynik ostateczny przyjąć średnią arytmetyczną.

Oznaczanie ciepła spalania biopaliwa (estrów FAME)

19. Na wadze analitycznej umieścić **czysty i suchy** tygiel pomiarowy bomby kalorymetrycznej, wytarować wagę, po czym w tyglu umieścić ok. 0.5-0.8 cm³ biopaliwa (estrów metylowych kwasów tłuszczowych) i ponownie zważyć zapisując wynik ważenia z dokładnością 0,0001 g (0,1 mg) jako masa próbki, m_{pr} .

20. Przeprowadzić pomiar zgodnie z opisem zawartym w punktach 7-16, każdorazowo wykonując obliczenia ΔT_{kal} opisane w punkcie 17.

21. Ciepło spalania paliwa Q_{paliwa} należy obliczyć ze zmodyfikowanego wzoru X14 uwzględniającego masę próbki oraz poprawkę na spalanie azotu:

$$Q_{paliwa} = \frac{K \times \Delta T_{kal} - c_b - c_N}{m_{pr}} \quad [\text{cal/g}] \quad (\times 16)$$

gdzie: K - stała kalorymetru, ΔT_{kal} - różnica temperatur wyznaczona w punkcie 20, m_{pr} - masa spalanej próbki biopaliwa, c_b -poprawka na ciepło spalania nitki bawełnianej, c_N -poprawka na spalanie azotu (uwzględniająca azot z próbki oraz azot z powietrza).

22. Czynności z punktów 19-21 powtórzyć dwukrotnie za każdym razem obliczając Q_{paliwa} . Za wynik ostateczny przyjąć średnią arytmetyczną.

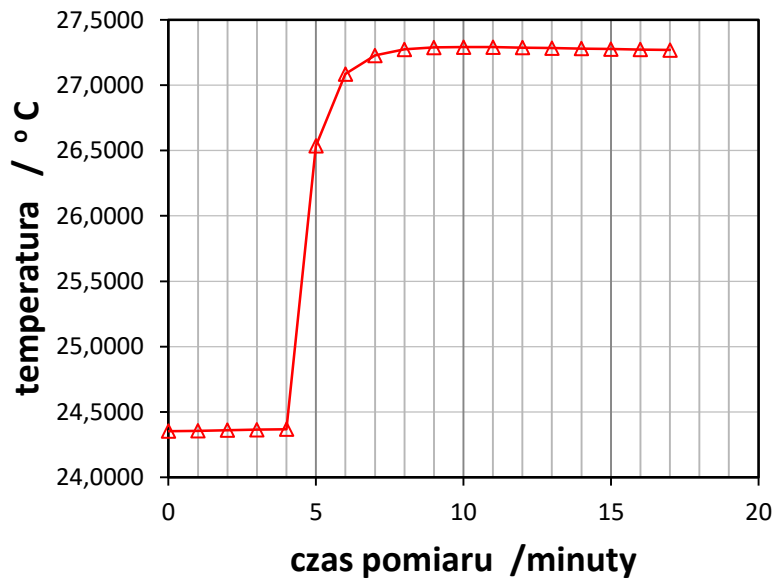
23. Obliczenie błędu pomiaru.

Przykłady obliczeń

Przykład 1 - Obliczenie ΔT_{kal}

wartości zmierzone:

okres wstępny:		okres główny:		okres końcowy	
czas / min.	temp. °C	czas / min.	temp. / °C	czas / min.	temp. / °C
0	24,3527	0	26,5350	0	27,2845
1	24,3561	1	27,0851	1	27,2807
2	24,3599	2	27,2273	2	27,2769
3	24,3640	3	27,2737	3	27,2732
4	24,3681	4	27,2885	4	27,2694
		5	27,2919		
		6	27,2909		
		7	27,2881		



Przyrost temperatury ΔT_{kal} obliczony jest ze wzorów X12 oraz X13.

$$T_n = 27,2881^{\circ}\text{C},$$

$$T_o = 24,3681^{\circ}\text{C},$$

$$n_t = 1 \text{ odczyt /minutę},$$

$$\Delta p = (24,3681^{\circ}\text{C} - 24,3527^{\circ}\text{C}) / 4 \text{ min} = 0,0154^{\circ}\text{C/min}$$

$$\Delta k = (27,2694^{\circ}\text{C} - 27,2845^{\circ}\text{C}) / 4 \text{ min} = 0,0151^{\circ}\text{C/min}$$

$$r = 8$$

$$c = n_t [(\Delta p + \Delta k) + r \Delta k] = 1/\text{min} \times [0,0154^{\circ}\text{C/min} + 0,0151^{\circ}\text{C/min} + 8 \times 0,0151^{\circ}\text{C/min}] = 0,1513^{\circ}\text{C}$$

a zatem

$$\Delta T_{kal} = 27,2881^{\circ}\text{C} - 24,3681^{\circ}\text{C} + 0,1513^{\circ}\text{C} = 3,0713^{\circ}\text{C}$$

błąd tak wyznaczonej wartości to suma błędów poszczególnych składowych