

PHYWE Systeme GmbH & Co. KG
Robert-Bosch-Breite 10
D-37079 Göttingen

Phone +49 (0) 551 604-0
Fax +49 (0) 551 604-107

Betriebsanleitung



Abb. 1: Kalorimeterbombe

INHALTSVERZEICHNIS

- 1 Sicherheitshinweise
- 2 Zweck und Eigenschaften
- 3 Messmethode
- 4 Handhabung
- 5 Technische Daten
- 6 Geräteleiste
- 6.1 Lieferumfang
- 6.2 Empfohlene Zusatzgeräte
- 7 Garantiehinweis
- 8 Entsorgung

1 SICHERHEITSHINWEISE



- Vor Inbetriebnahme des Gerätes ist die Betriebsanleitung sorgfältig zu lesen. Sie schützen sich und vermeiden Schäden an Ihrem Gerät.
- Verwenden Sie das Gerät nur für den dafür vorgesehenen Zweck.



Vorsicht!

Beim Umgang mit Druckbehältern und Versuchsautoklaven ist stets besondere Vorsicht geboten!

Es ist durch geeignete Sicherheitseinrichtungen dafür Sorge zu tragen, dass im Fall eines Berstens der Kalorimeterbombe keine Personen zu Schaden kommen können.

Um sicher zu stellen, dass in der Kalorimeterbombe die zu erwartenden Drücke während der Reaktion nicht über 70 bar ansteigen, darf die Bombe auf keinen Fall mit mehr als mit maximal 10 bar Sauerstoff befüllt werden.

Als Druckbehälter muss die Kalorimeterbombe gemäß den Vorschriften der Druckbehälterverordnung aufgestellt und betrieben werden.

Das Öffnen der Kalorimeterbombe darf erst erfolgen, wenn ein Druckausgleich mit der Atmosphäre hergestellt wurde. Hierfür muss der Kupplungsstecker in die Schnellverschlusskupplung des Ventils eingeführt und das Ventil dann vorsichtig geöffnet werden. Dabei ist darauf zu achten, dass keine gefährlichen Stoffe in die Atemluft gelangen (Abzug!).

Für Druckreaktionen, bei denen die zu erwartenden Drücke und Temperaturen nicht sicher bekannt sind, muss zum Schutz von Personen, insbesondere beim Versagen des Autoklaven die Kalorimeterbombe in besonderen Kammern oder hinter Schutzwänden aufgestellt sein. Die Beobachtung der Mess- und Sicherheitseinrichtungen und die Bedienung müssen von sicherer Stelle aus erfolgen.

Nach jeder Verwendung, ggf. nach Abschluss einer Versuchsreihe, muss die Kalorimeterbombe von einem Sachkundigen geprüft werden. Werden hierbei Schäden festgestellt oder wurde der zulässige Betriebsdruck und die zulässige Betriebstemperatur überschritten, muss die Kalorimeterbombe auf weitere Verwendbarkeit durch einen Sachverständigen geprüft werden.

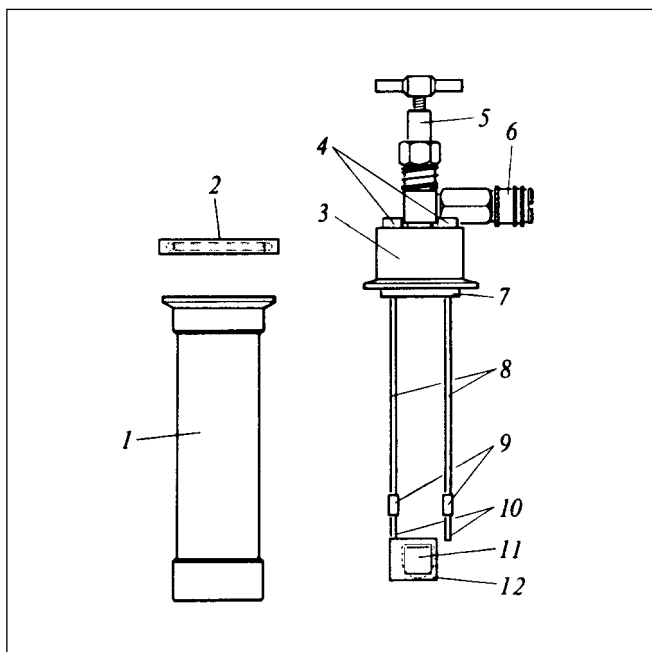


Abb. 2: Einzelteile der Kalorimeterbombe

2 ZWECK UND EIGENSCHAFTEN

Mit der Kalorimeterbombe werden die Brennwerte von festen und flüssigen Stoffen bestimmt. Sie wird hauptsächlich im Praktikumsversuch verwendet und durch ein Kalorimeter und ein Temperaturmessgerät zu einem kompletten Messsystem ergänzt. Eine Halterung zum Einhängen der Bombe in das Kalorimeter (Art.-Nr.: 04402.00; siehe Geräteliste) gehört zum Lieferumfang.

Die Kalorimeterbombe besteht aus einem Druckbehälter (1) (vergl. Abb. 1 und Abb. 2) mit gasdicht aufsetzbarem Deckel (3). Zwei 4 mm-Anschlussbuchsen (4) auf der Deckeloberseite gehen unterhalb des Deckels in Nickelelektroden (8) über, an denen sich ein Zünddraht befestigen lässt. An den Elektroden befindet sich eine Halterung (12) zur Aufnahme des Verbrennungstieglers (11). Die Scheibe aus keramischen Fasern (7) wirkt als Wärmedämmung. Zum Befüllen der Kalorimeterbombe mit Sauerstoff dient das Regulierventil (5) und die Schnellverschlusskupplung (6), die es ermöglicht, das System problemlos über den Druckschlauch mit Stecker (Art.-Nr.: 39299.00) an eine Sauerstoffflasche zu adaptieren. Mit Hilfe des außenzentrierten O-Ringes (2) und des Spannrings werden Deckel und Druckbehälter fest und gasdicht miteinander verbunden.

3 MESSMETHODE

In der Kalorimeterbombe wird eine genau bestimmte Probenmenge in einer möglichst reinen Sauerstoffatmosphäre verbrannt. Die dabei entstehende Wärme wird an ein mit Wasser gefülltes Kalorimeter abgegeben und verursacht in dem System Kalorimeterbombe-Kalorimeter eine Temperaturerhöhung, die im Bereich 1...3 K liegt und deshalb möglichst genau gemessen werden sollte. Mit der Formel

$$\Delta U = \frac{(C_{H_2O} + C_{Kal}) \cdot \Delta T \cdot M}{m_E}$$

berechnet man die Änderung der inneren Energie U . Dabei

haben die angegebenen Größen folgende Bedeutung:

$(C_{H_2O} + C_{Kal})$	ist die Wärmekapazität des Systems Kalorimeterbombe-Kalorimeter mit Wasserfüllung
ΔT	ist die gemessene Temperaturdifferenz
M	die Molmasse des zu untersuchenden Stoffes
m_E	die Einwaage des zu untersuchenden Stoffes

4 HANDHABUNG

Aus einem ca. 4 cm langen Stück Eisendraht wird eine Zündspule gewickelt und in die Bohrungen (10) der Nickelelektroden gesteckt (vergl. Abb. 2); Klemmung durch Herunterschieben der Hülse (9).

Danach wird der Verbrennungstieglers mitsamt der Einwaage in den Probenhalter eingesetzt. Mit Hilfe eines spitzen Gegenstandes drückt man nun den Zünddraht vorsichtig in die Einwaage; da diese in der Größenordnung von 50 mg bis 400 mg liegt, sind hierbei Substanzverluste zu vermeiden. Dann legt man den O-Ring auf den Flansch des Druckbehälters und setzt den Deckel vorsichtig auf; mit Hilfe des Spannrings verbindet man Druckbehälter und Deckel zu einer festen Einheit. Anschließend wird die Kalorimeterbombe mit Sauerstoff gefüllt. Hierzu ist zunächst an die - mit Druckminderventil versehene! - Sauerstoffflasche der Druckschlauch anzuschließen, dessen Stecker dann in die Schnellverschlusskupplung (6) gedrückt wird. Zum Füllen öffnet man das Regulierventil (5) und stellt am Druckminderventil der Flasche den Druck ein (max. 10 bar). Danach wird das Regulierventil geschlossen und die Kalorimeterbombe in ein mit Wasser gefülltes Kalorimeter gehängt, dessen Deckel man durch die Halterung für Kalorimeterbombe ersetzt hat. Zur Temperaturmessung im Wasser setzt man durch eine Öffnung in der Halterung die Tauchsonde Pt100 ein und schließt sie an ein digitales Temperaturmessgerät an (Messgenauigkeit 0,01 K). Die 4 mm-Buchsen (4) werden mit einem Netzgerät verbunden, das eine Mindestspannung von 15 V/1 A liefert. Zur Messung wird das Kalorimeter mitsamt der Kalorimeterbombe auf einen Magnetrührer gestellt, der ohne Heizung zu betreiben ist. Nun wird die Verbrennung in der Kalorimeterbombe durch Anlegen einer Spannung an die 4 mm-Buchsen (4) gezündet und unter ständigem Umrühren die Temperaturerhöhung im Kalorimeter gemessen (ca. 15 min).

Nach Beendigung der Reaktion überzeugt man sich davon, dass die Kalorimeterbombe wieder auf Zimmertemperatur abgekühlt ist. Dann drückt man bei geschlossenem Regulierventil (5) den Kupplungsstecker in die Schnellverschlusskupplung (6) und öffnet das Ventil vorsichtig. Dabei dürfen auf keinen Fall gefährliche Gase in die Atemluft gelangen. Deshalb ist es zweckmäßig, den Druckausgleich der Kalorimeterbombe in einem Abzug durchzuführen. Erst wenn man sicher ist, dass ein vollständiger Druckausgleich des Inhaltes der Kalorimeterbombe mit der umgebenden Atmosphäre hergestellt ist, darf der Spannring geöffnet werden.

Hinweis:

Bei der Verbrennung von Feststoffen hat sich gezeigt, dass man in der Regel bessere Ergebnisse erzielt, wenn man aus ihnen zuvor mit Hilfe eines Presswerkzeuges einen Pressling herstellt. Dafür pulverisiert man die zu verbrennende Substanz im Mörser und wiegt ca. 400 mg davon in eine Wägeschale ein. Von dem Eisendraht wird ein 10 cm langes Stück abgeschnitten und auf ein Milligramm genau gewogen.

Der Draht wird in die Führungen des Presswerkzeuges so eingelegt, dass sich in der Mitte eine kleine Schlaufe bildet, die einen guten Halt für die Tablette ermöglichen soll. Mit dem Trichter füllt man nun die eingewogene Substanz in die Pillenpresse (Art.-Nr.: 04403.04), setzt den Stempel ein und presst in einem Schraubstock unter mäßigem Druck eine Tablette. Dabei dürfen die Enden des Zünddrahtes nicht abscheren. Die Tablette wird anschließend exakt (auf 1 Milligramm genau) gewogen. Überstehende Grate sollten dafür vorher entfernt werden. Die Masse des Eisendrahtes ist bei der Berechnung von der Tablettenmasse abzuziehen. Seine Verbrennungswärme kann in der Regel vernachlässigt werden, da sie sowohl bei der Kalibrierung als auch bei der eigentlichen Messung anfällt und betragsmäßig klein ist. Die Tablette wird dann mit den beiden Drahtenden an den Kontakten des Bombendeckels befestigt. Sie sollte sich über der Mitte des Probengefäßes befinden, um nach dem Durchbrennen des Zünddrahtes darin verbrennen zu können. Ist das Probengefäß nach dem Versuch stark verrußt, muss die Messung wiederholt werden, da die Verbrennung dann nicht vollständig erfolgte.

5 TECHNISCHE DATEN

Fülldruck:	max. 10 bar
maximaler Betriebsdruck:	70 bar
maximale Betriebstemperatur:	100°C
Material von Deckel und Druckbehälter:	rostfreier Stahl
O-Ring:	Viton
Außenzentrierring:	Aluminium
Elektroden:	Nickel
Volumen:	ca. 120 ml
Gewicht:	ca. 1,2 kg

6 GERÄTELISTE

6.1 Lieferumfang

Kalorimeterbombe, bestehend aus: Druckbehälter, Deckel und Spannring
 Halterung zum Einhängen der Bombe in das durchsichtige Kalorimeter
 Kupplungsstecker für Schnellverschlusskupplung
 Verbrauchsmaterial:
 Probengefäße (Verbrennungstiegel), 10 Stück
 (Art.-Nr.: 04403.03)
 Eisendraht, $d=0,2$ mm, Länge 100 m
 (Art.-Nr.: 06104.00)

6.2 Empfohlene Zusatzgeräte

Kalorimeter, durchsichtig	04402.00
Pillenpresse für Kalorimeter	04403.04
Magnetrührer	35720.93
Magnetrührstäbchen, oval, 30 mm	35680.04
Druckschlauch mit Stecker für Schnellkupplung	39299.00
Druckminderventil für Sauerstoff	33482.00
Stahlflasche, Sauerstoff, 10 l gefüllt	41762.00
Temperaturmessgerät 4-2, Demo	13617.93
Temperatur-Tauchsonde Pt100	11759.01
Netzgerät, universal	13500.93

7 GARANTIEHINWEIS

Für das von uns gelieferte Gerät übernehmen wir innerhalb der EU eine Garantie von 24 Monaten, außerhalb der EU von 12 Monaten; sie umfasst nicht den natürlichen Verschleiß sowie Mängel, die durch unsachgemäße Behandlung entstehen.

Der Hersteller kann nur dann als verantwortlich für Funktion und sicherheitstechnische Eigenschaften des Gerätes betrachtet werden, wenn Instandhaltung, Instandsetzung und Änderungen daran von ihm selbst oder durch von ihm ausdrücklich hierfür ermächtigte Stellen ausgeführt werden.

8 ENTSORGUNG

Die Verpackung besteht überwiegend aus umweltverträglichen Materialien, die den örtlichen Recyclingstellen zugeführt werden sollten.

Entsorgungsmöglichkeiten für das ausgediente Gerät erfahren Sie bei Ihrer Gemeinde- bzw. Stadtverwaltung.