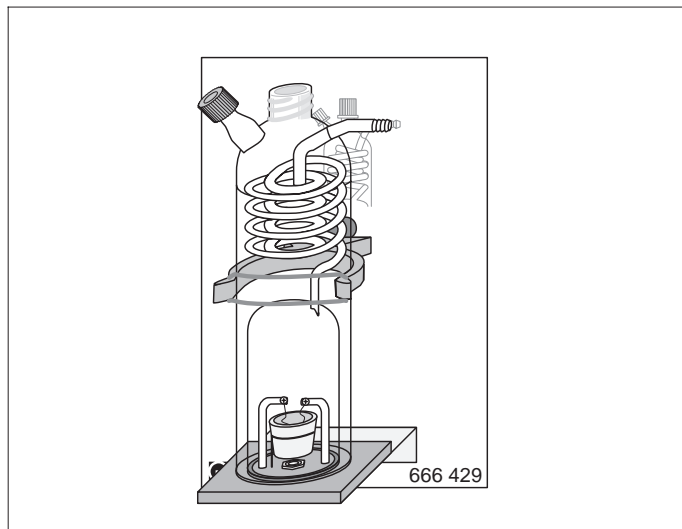


03/99-Se



## 1 Beschreibung

Um den Versuchsaufbau (Fig. 1) sowie den Reaktionsfortschritt für den Betrachter sichtbar zu machen, wurde bei der Konstruktion soweit wie möglich auf Glas als Baustoff zurückgegriffen. Das Kalorimeter selbst besteht aus 2 Teilen:

1. dem Glasgefäß und
2. der Bodenplatte

Das Glasgefäß ① (Fig. 2), gefüllt mit Kalorimeterflüssigkeit (im allgemeinen  $H_2O$ , aber auch z.B. Ethanol), dient zur Aufnahme der bei der Verbrennung von Feststoffen oder Flüssigkeiten entstandenen Wärme. Es umschließt den Verbrennungsraum vollständig von der Seite und von oben. Die entstandenen heißen Verbrennungsgase werden durch eine doppelte Glaswendel ③ geleitet, geben dort ihre Energie an die Umgebung (Glaskörper und Badflüssigkeit) ab und treten durch eine Olive (angeschraubt mit einer GL-14-Verbindung) wieder aus ⑥.

Für eine gleichmäßige Durchmischung der Kalorimeterflüssigkeit sorgt ein spatenförmiger Rührer ⑤, der über ein Rührwerk angetrieben oder manuell bewegt werden kann. Sehr leicht kann der zum Kalorimeter gehörige Glasrührer ⑤ durch ein komplettes Kleinrührwerk Rühraufsatz (666 819) ersetzt werden, die Handhabung ist einfacher, das Aufbaugewicht erniedrigt sich beträchtlich.

## Gebrauchsanweisung 667 325

Kalorimeter für Feststoffe und Flüssigkeiten  
(667 325)

CPS-Kalorimeter für Feststoffe und  
Flüssigkeiten (666 429)

Die Temperaturmessung erfolgt mittels eines Präzisionsthermometers oder eines entsprechenden Thermoelements ④ (gehören nicht zum Lieferumfang, empfohlen wird

Kat.-Nr. 666 176, Präzisionsthermometer,  $-10...+50\text{ }^{\circ}\text{C}$  : 1/10) oder das Temperaturmeßgerät 666 209 bzw. 666 454 (CPS) mit NTC-Temperaturfühler 666 212.

Mit den Temperaturmeßgeräten ist auch eine Relativtemperaturmessung mit 0,01 K Auflösung möglich.)

Die Bodenplatte ② dient der Halterung des gesamten Kalorimeters sowie des Verbrennungstieglens. Sie besteht aus einer doppelten asbestfreien Platte, die zum Befestigen am Stativ fest mit einem Stativring ⑦ verbunden ist. Der obere Teil der Halteplatte paßt in den Verbrennungsraum des Glasgefäßes ① hinein und schließt durch eine Gummischichtung ⑧ den Verbrennungsraum nach außen ab. Der Verbrennungstiegel ⑨, in dem das zu verbrennende Material (Feststoffe wie: Schwefel, Kohlenstoff [Aktivkohle] etc. oder Flüssigkeiten wie: Alkohole, Heizöl etc.) eingewogen wird, sitzt in einem ringförmigen Metallbügel ⑩. Die Zündung erfolgt elektrisch. Es stehen zwei unterschiedliche Glühwendeln ⑪ zur Verfügung. Die Befestigung der Glühwendel sowie deren Austausch erfolgt problemlos, da sie mit den beiden Elektrodenhaltern ⑫ durch zwei Schrauben verbunden sind. Die beiden Elektrodenhalter sind durch die Bodenplatte durchgeführt und besitzen am unteren Ende je eine 4-mm-Buchse ⑬.

Als Stromquelle sollte ein Wechselstrom-Netzgerät variabler Spannung verwendet werden (z.B. Demonstrationsnetzgerät 667 827). Die Verbrennung erfolgt am besten nicht in Luft, sondern in Sauerstoffatmosphäre, zur Zuführung von Sauerstoff dient eine kleine Düse in der Mitte der Platte, außen endet die Durchführung in einer Schlaucholive ⑭ für Schläuche von 8 mm Innendurchmesser.

## Sicherheitshinweise



Keine hochentzündlichen Substanzen wie z.B. Benzin oder Ether einsetzen. Explosionsgefahr!

## 2 Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau erfolgt entweder über Module des Chemie-Platten-Systems (CPS) beim Kalorimeter 666 429 oder mit Hilfe von Stativmaterial (Kalorimeter 667 325, Geräteauflistung am Ende der Versuchsanleitung). Im letzteren Fall wird die Bodenplatte ② des Kalorimeters in der Mitte eines langen sfs-Leistenfußes (666 603) befestigt (ca. 15 cm über Tischkante).

An beiden Seiten werden je zwei gegeneinandergeschaltete Waschflaschen angeordnet (Fig. 3). Von einer Sauerstoffflasche ⑮ mit Reduzierventil wird eine Schlauchleitung zur äußeren linken Waschflasche ⑯ geführt. Diese Waschflasche bleibt leer, die nachfolgende Flasche ⑰ wird ca. 3 cm hoch mit Schwefelsäure ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  konz.) zur Trocknung und zur Durchflußmessung gefüllt. Der Ausgang der Waschflasche wird mit der Schlaucholive ⑭ in der Bodenplatte ② verbunden. Die abgeschraubte Schlaucholive ⑥ des Glasgefäßes wird mittels eines kurzen Schlauchstückes mit der ersten nachgeschalteten Waschflasche ⑰ verbunden, auch diese Waschflasche bleibt leer (Sicherheitsflasche). Die nächste Waschflasche ⑱ wird mit Absorbenslösung (am besten KOH oder NaOH zum Absorbieren des entstandenen  $\text{CO}_2$  oder  $\text{SO}_2$ ) gefüllt, das entweichende Gas wird in den Abzug geleitet.

Die Glühwendel ⑪ wird abgeschraubt, der Tiegel ⑨ mit Verbrennungsgut gefüllt. Das Gewicht von Tiegel und Verbrennungsgut wird bestimmt, nach Beendigung der Verbrennung erfolgt eine Rückwägung, um die Masse des Verbrannten zu bestimmen.

## 3 Versuchsdurchführung

Das gesamte Innenvolumen des Kalorimeters wird gut mit Sauerstoff gespült. Danach wird der Sauerstoffstrom so eingeregelt, daß in der vorgeschalteten Waschflasche ca. 2-4 Blasen pro Sekunde aufsteigen.

Das Verbrennungsgut wird elektrisch gezündet, dazu muß der Strom, die Spannung sowie die Zeitdauer der Zündung sorgfältig notiert werden. Unter Verwendung des Demonstrationsnetzgerätes (667 827) sowie der kleineren der beiden Glühwendeln ergeben sich dabei etwa folgende Werte:

Spannung:	9 V
Stromstärke:	5 A
Zeit:	5-10 sec.

Zu Beginn der Reaktion wird er Sauerstoffstrom etwas höher eingeregelt, nach ca. 30 sec. kann mit einem Durchfluß von ca. 2 Blasen pro Sekunde gearbeitet werden. Wird Schwefel verbrannt, ist oberhalb des Tiegelrandes der blaue Flammensaum sehr gut zu erkennen. Bei der Verbrennung von gekörntem Kohlenstoff ist der Widerschein der Glut nur bei abgedunkeltem Raum gut sichtbar. Die Reaktion wird nach ca. 3-5 min. abgebrochen, indem man den Sauerstoff sperrt. Ein Temperaturanstieg ist danach noch für einen gewissen Zeitraum zu beobachten, die Kalorimeterflüssigkeit muß noch für ca. 5 min. gerührt werden, erst dann wird die Endtemperatur abgelesen. Die Reaktionszeit sowie die zum Temperatúrausgleich benötigte Zeit sollten bei allen Versuchen immer etwa gleich gewählt sein. Nach Beendigung des Temperaturanstiegs wird die Temperatur abgelesen, das Glasgefäß von der Bodenplatte abgehoben, die Glühwendel gelöst und der Porzellantiegel aus der Halterung genommen.

Der Tiegel mit Verbrennungsgut wird in den Halter ⑩ eingehängt, die Glühwendel ⑪ wird in das Verbrennungsgut eingetaucht und an den Elektrodenhaltern angeschraubt.

Bei flüssigen Medien sollte die Glühwendel über der Oberfläche verbleiben; die von der glühenden Wendel abgestrahlte Energie reicht i.a. aus, um Flüssigkeiten zu entzünden, Verdunstungsverluste werden so gering gehalten.

Die Elektrodenhalter werden mit dem Netzgerät verbunden, Spannungs- und Strommeßgeräte sollten zugeschaltet werden. Das Glasgefäß ① wird leer gewogen (mit Rührer ⑤, aber ohne Thermometer/Temperaturfühler ④), dann wird die Kalorimeterflüssigkeit (z.B. Wasser) eingefüllt und erneut gewogen. Anschließend wird es auf die Bodenplatte ② gesetzt und abgedichtet. Das Thermometer wird eingefügt, der Rührer ⑤ mit einem Rührwerk bzw. der Rühraufsatz mit einer Spannungsversorgung (5 ... 6 V) verbunden. Nach dem Anschrauben der Schlaucholive ⑥ am Glasgefäß ① wird Sauerstoff durch das Kalorimeter geleitet. An der Zahl der Blasen in den Waschflaschen vor und nach dem Kalorimeter kann getestet werden, ob das System dicht schließt. Die Kalorimeterflüssigkeit wird zum Temperatúrausgleich gut durchmischt (ca. 5 min. rühren), dann kann die Ausgangstemperatur abgelesen werden. Der gesamte Temperaturverlauf kann auch über ein Temperaturmeßgerät mit angeschlossenem Schreiber registriert werden. Ebenso ist die Erfassung und Auswertung der Temperaturveränderung mit einem Computer und dem CASSY-Interface möglich.

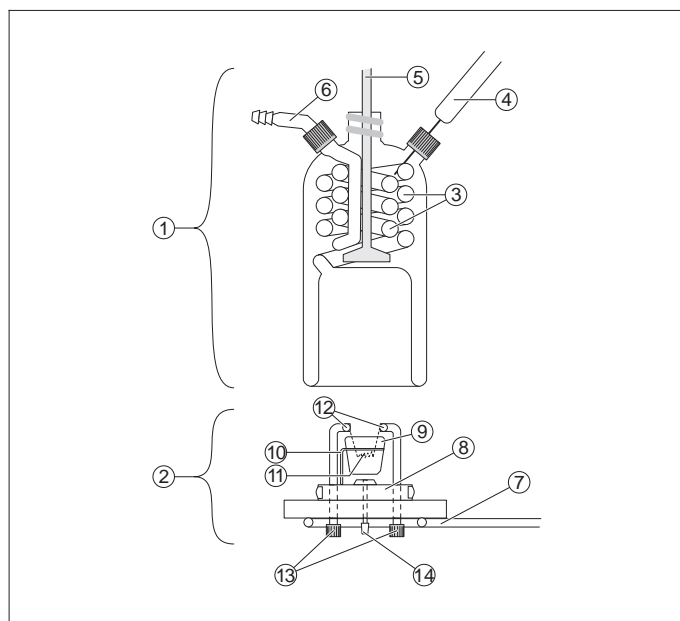


Fig. 2

Schnitt durch das Kalorimeter (667 325)

- ① Glasgefäß
- ② Bodenplatte
- ③ Glaswendel (Wärmeaustauscher)
- ④ Temperaturfühler
- ⑤ Rührer
- ⑥ Schlaucholive (Gasaustritt)
- ⑦ Stativring
- ⑧ Halteplatte mit Dichtung
- ⑨ Verbrennungs-(Porzellan-)Tiegel
- ⑩ Metallbügel (Tiegelhalterung)
- ⑪ Glühwendel
- ⑫ Elektrodenhalterung
- ⑬ Elektrodenanschluß (4-mm-Buchse)
- ⑭ Schlaucholive (Gaseintritt)

Durch Rückwägung vom Porzellantiegel mit Inhalt wird der Verbrauch an Substanz bestimmt.

Die freigesetzte Energie geht theoretisch vollständig an das Kalorimeter über. Aus dem Gewicht und den spezifischen Wärmen der verwendeten Materialien läßt sich relativ leicht die Gesamtwärmekapazität des Kalorimeters berechnen. In der Realität wird es jedoch immer Wärmeverluste geben, d.h. das Kalorimeter besitzt einen Wirkungsgrad  $\eta < 1$ .

Unkontrollierte Wärmeverluste treten z.B. durch Erwärmung der Bodenplatte, durch nicht vollständige Wärmeübertragung vom Verbrennungsgas auf die Wärmeaustauscherspirale sowie durch Wärmeübergang vom Kalorimeter nach außen (Atmosphäre, Stativmaterial etc.) auf.

Der Wirkungsgrad bzw. die Wärmekapazität muß in Eichversuchen bestimmt werden, es handelt sich dabei um eine individuelle Gerätekonstante.

#### 4 Versuchsbeispiel

Kohlenstoff (in gekörnter Form) wird in einen Gooch-Tiegel (Tiegel mit porösem Boden) eingewogen und der Tiegel in den Metallbügel ⑩ gesetzt. Die Glühwendel wird so in den Gooch-Tiegel getaucht und mit Kohlenstoff bedeckt, daß die Drahtspirale nicht mehr sichtbar ist. Dann werden die Drahtenden an den beiden Elektrodenhaltern angeschraubt.

Das Glasgefäß des Kalorimeters wird leer gewogen, mit Wasser gefüllt und erneut gewogen. Dann wird das Glasgefäß auf die Bodenplatte gesetzt, abgedichtet, die Flüssigkeit kräftig durchmischt. Rührer und Thermometerkugel sollten dabei einen gewissen Sicherheitsabstand zueinander aufweisen, 3-5 mm Distanz sind dafür im allgemeinen ausreichend.

Die Sauerstoffflasche wird gemäß Fig. 3 angeschlossen, und nach ca. 5 min. wird die Ausgangstemperatur notiert (bei manueller Messung). Das Verbrennungsgut wird elektrisch gezündet, die Werte für Strom, Spannung und Zeit werden ebenfalls notiert. Nach 5 min. wird der Sauerstoffstrom abgestellt, nach weiteren 5 min. wird die Endtemperatur abgelesen. Das Kalorimeter wird zerlegt, der Tiegel mit dem Kohlenstoff wird erneut gewogen, die Gewichts Differenz wird zur Auswertung notiert.

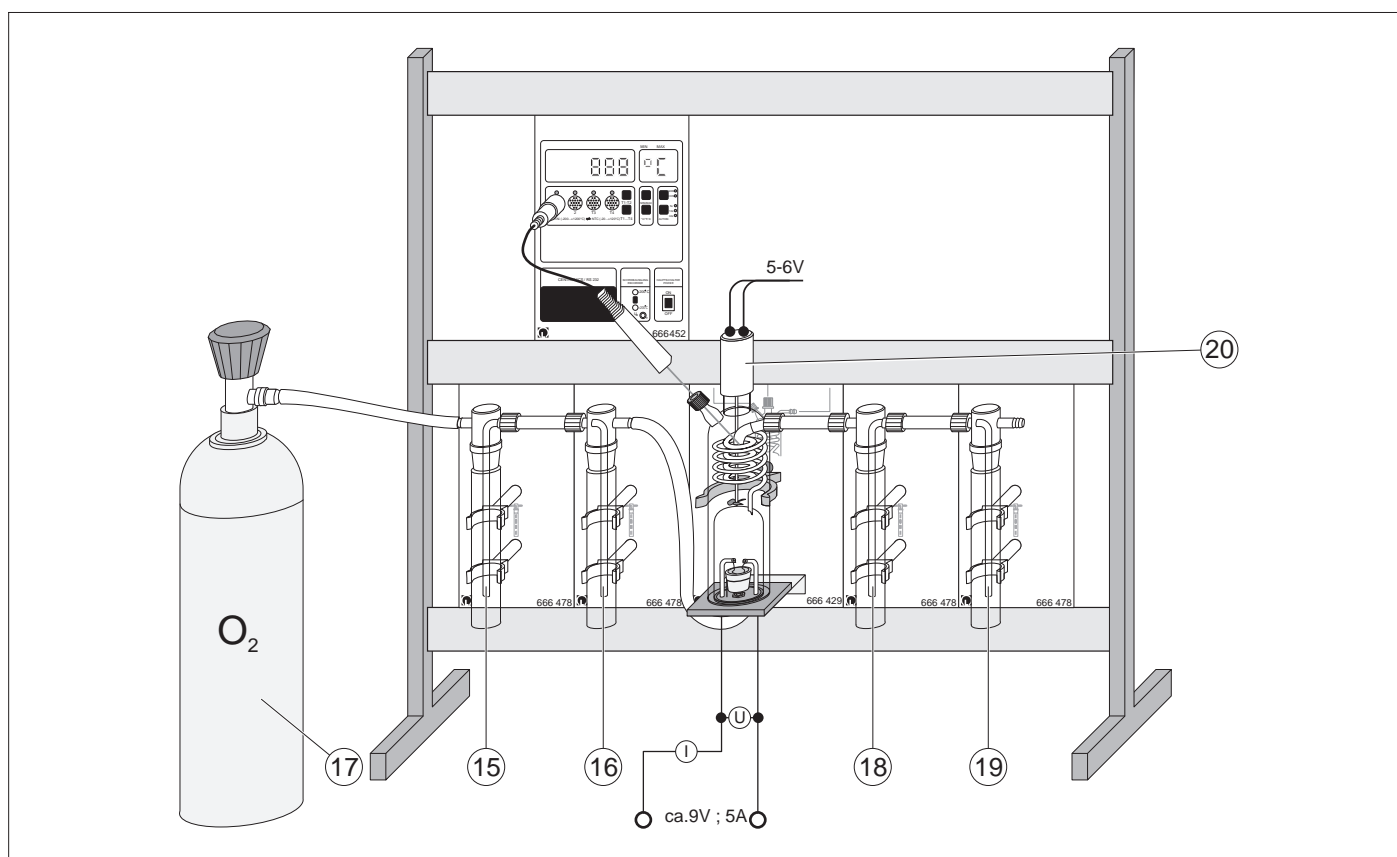


Fig. 3 CPS-Kalorimeter (666 429)

- ⑩ Waschflasche (Sicherheitswaschflasche)
- ⑪ Waschflasche
- ⑫ Sauerstoffflasche
- ⑬ Waschflasche (Sicherheitswaschflasche)
- ⑭ Waschflasche (Absorbens)
- ⑮ Rühraufsatz

## 5 Auswertung

Nach Beendigung des Versuches stehen folgende Daten zur Verfügung:

Tiegel mit Kohlenstoff vorher:	22,74 g
Tiegel mit Kohlenstoff nachher:	22,40 g
verbrannte Menge Kohlenstoff:	0,34 g = 28,3 mMol
Anfangstemperatur:	294,4 K
Endtemperatur:	297,1 K
Temperaturdifferenz:	2,7 K
Masse Kalorimetergefäß $m_K$ :	692,9 g
Masse Wasser $m_{H_2O}$ :	686,6 g
Zündenergie:	
Spannung:	9 V
Stromstärke:	5 A
Zeit:	8 sec.

Aus Tabellenwerten kann entnommen werden:

Spezifische Wärme von Glas:

$$c_K = 0,8 \text{ J/g} \cdot \text{K}$$

Spezifische Wärme von Wasser:

$$c = 4,185 \text{ J/g} \cdot \text{K}$$

Die freigesetzte Energie verteilt sich auf Kalorimetergefäß (Glas) und Kalorimeterflüssigkeit entsprechend den Wärmekapazitäten der beiden Teile.

Nach der Formel:

$$-\Delta H = \Delta T (m_K \cdot c_K + m_{H_2O} \cdot c_{H_2O})$$

ergibt sich für die umgesetzte Menge Kohlenstoff:

$$-\Delta H = 2,7 (554,3 + 2873,4) \text{ kJ}$$

$$-\Delta H = 9,255 \text{ kJ}$$

Es muß eine Zündenergie von 360 J abgezogen werden.

$$-\Delta H = 8,895 \text{ kJ}$$

Aus 5 Eichversuchen wurde für dieses Kalorimeter ein Wirkungsgrad von  $\eta = 0.810$  bestimmt, d.h. die erhaltene Enthalpie muß mit dem Faktor 1.23 multipliziert werden. Es ergibt sich so ein

$$-\Delta H_{\text{kor}} = 10,94 \text{ kJ}$$

als freigesetzte Energie.

Die Reaktionsenthalpie wird, um stets vergleichbare Werte zu erhalten, auf 1 Mol bezogen, dafür rechnet man:

$$-\Delta H \cdot 0,0283 = 10,94 \text{ kJ}$$

$$\Delta H = -386,6 \text{ kJ} \cdot \text{Mol}^{-1}$$

Der Literaturwert beträgt

$$-393,6 \text{ kJ} \cdot \text{Mol}^{-1}$$

Dieser Wert ist ein vorzügliches Ergebnis für eine einfach aufgebaute Demonstrationsapparatur. Bei exakter Bewertung der Abweichung von -1,8 % müssen nämlich 2 Hauptfehlerquellen mitberücksichtigt werden:

1. Die Temperaturablesung erfolgt nur mit  $\pm 0,1 \text{ K}$  Genauigkeit, bei einem Temperaturanstieg von  $\sim 2,5 \text{ K}$  liegt also leicht ein Fehler von  $\pm 4 \%$  vor.
2. Die der Berechnung zugrunde liegenden Zahlenwerte sind teilweise nur auf 1 % genau zu bestimmen, das Gesamtergebnis kann somit nicht genauer als  $\pm 1 \%$  sein.

## 6 Geräteauflistung

### 6.1 CPS-Version

1 CPS-Kalorimeter für Feststoffe und Flüssigkeiten	666 429
2 CPS-Gaswäscher	666 430
1 Klein-Rührwerk	666 819
1 CPS-Digital-Temperatur-Meßgerät	666 452
1 Temperaturfühler NTC	666 212
1 CPS-Glasverbinder, 2 GL 18	667 312
1 Silikonschlauch, 1 m	667 194
1 Netzgerät für Demonstrationsversuche	667 827
1 Digital-Multimeter für Demonstrationsversuche	666 453
3 Experimentierkabel, 50 cm lang, Satz 2 Stück	501 45
1 Gasflasche, O <sub>2</sub> , geom. Inhalt 10 l	661 011
1 Druckminderventil für O <sub>2</sub> zu 661 011	661 016
1 Elektronische Mehrbereichswaage, incl. Datenschnittstelle, 3100 g/0,01 g	667 789
1 Profilrahmen C 100	666 428
2 Blindplatten, 200 mm	666 467
1 Blindplatte, 100 mm	666 464

### 6.2 Stativversion

1 Kalorimeter für Feststoffe und Flüssigkeiten	667 325
1 Leistenfuß	666 603
11 Universalmuffen	666 615
4 Stativrohre, 5 cm	666 605
1 Stativrohr, 75 cm	666 608
5 Universalklemmen	666 555
1 Universalklemme	301 72
4 Glaswaschflaschen	664 800
2 Glasrohreinsätze	664 805
1 Glasrohreinsatz	664 806
1 Sicherheitseinsatz	664 808
4 Schliffklemmen	665 392
2 Silikonschläuche	667 194
1 Netzgerät für Demonstrationsversuche	667 827
1 Experimentierkabel	501 46
2 Experimentierkabel	501 45
1 Klein-Rührwerk	607 175
1 Schraubenrührer	607 191
1 Gasflasche, Sauerstoff	661 011
1 Druckminderventil, Sauerstoff	661 016
1 Digitales Temperatur-Meßgerät	666 209
1 Temperaturfühler NTC	666 212
1 Digital-Multimeter	667 908
1 Elektronische Waage, 3100 : 0,01 g	667 789