

Metodenavn: Kalorimetri (energibestemmelse)

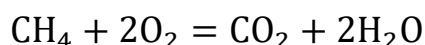
BIOVIT-nr.: Arb1015

1. Innledning/hensikt

Kalorimetri er definert som måling av frigitt eller absorbert varme, og går ut på å eksperimentelt måle den frigitte eller absorberte energien fra et reaktivt system, som en forbrenning eller kjemisk reaksjon.

På BIOIVT brukes kalorimetri hovedsakelig til bestemmelse av omsettelig energi i fôr-, tarm- og gjødselprøver, men energi i andre materialer og væsker kan også bestemmes.

Prøvene forbrennes fullstendig i et lukket system med overskudd av oksygen (bombekalorimeter). Under forbrenningen endres de kjemiske bindingene mellom atomene og når alt materiale er forbrent vil alle de organiske molekylene være omgjort til hovedsakelig CO₂ og H₂O, j.fr. forbrenning av metan i overskudd av oksygen.



Det vil i tillegg være en uorganisk rest (aske) som ikke forbrennes.

2. Reagenser

Oksyngengass, O₂- rimeligste kvalitet

Nitrogengass, N₂ - rimeligste kvalitet

3. Risikovurdering

Bombekalorimeteret må ikke åpnes mens det er trykk i forbrenningskammeret.

4. Utstyr

- PARR 6400 Bomb Calorimeter
- Bomullstråd (DMC, F75579-Paris Cedex 12, 50g/520m)
- Vekt (0,0001 g)
- Pellet presse
- Metalltråd (PARR 840DD2)
- Prøveholdere (små metallbeholdere (crusible))

5. Prøvemateriale

Prøvemengden bør normalt ikke overstige en tørrvekt på 1 g. For fettrike prøver kan mengden reduseres til cirka 0,5 gram.

Materialet må være tørt og gjerne presset sammen til en pellet (gjelder IKKE fete prøver).

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet av Claes Gøran Fristedt	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 02.2012	Revisjon 02.2020	Erstatter 06.2018	Dokumentnavn 1015_Arb_Kalori metri (energibestemmels e)_NO	Side 1/3

6. Spesielle merknader

Ved analyse av fete prøver skal prøven ikke pelleteres. Ved pelletering av slike prøver vil fett presset ut av prøven og man vil oppleve for lave analyseverdier. Fettrike prøver legges direkte i digelen.

Trykk lett ned med en glass-stav før veiing.

7. Arbeidsbeskrivelse

Kalibrering

Kalibreringen gjennomføres ved å forbrenne 5-10 benzosyretabletter og kontrollere at den frigitte energien ligger på 26,453 MJ/kg (mellom 26,32-26,64 MJ/kg) Kalibrering av instrumentet bør gjøres minst to ganger pr. år.

Kalibreringsresultatet finnes på displayet.

Kontrollen: Her brukes 1 stk. benzosyre som analyseres før første prøve.

Før start

Det står to tanker, en i plast og en i stål, under bordet instrumentet står på. Plasttanken inneholder brukt vaskevann fra instrumentet og tømmes når den er ca. halvfull. Ståltanken inneholder rent RO-vann. Kontroller at det er nok vaskevann før analysene starter. Før ståltanken, som er under trykk, kan åpnes må en vippeventil åpnes.

1. Sett i støpslene, to stk.
2. Skru på strømmen, bryteren sitter på baksiden av instrumentet. Vent cirka 1 min for oppdatering. OBS! Trykk: Calorimeter operation, Trykk: HEATER and PUMP skal stå ON.
 - Det tar cirka ett kvarter før instrumentet er varmt nok til å analysere prøver
3. På displayet kan man se temperaturene som skal oppnås
 - JACKET-temperaturen skal ligge på 29-30 °C
 - BUCKET-temperaturen 27-28 °C (første analyse kan starte ved 24-25 °C)
4. Åpne ventilene til oksygen- og nitrogengassen (gassene har automatisk korrekt trykk)
5. Pelleter prøven (gjelder IKKE fete eller massive prøver) ved å benytte pellet pressen (blå) som står i samme rom.
6. Tarer en ren metalldigel
7. Legg prøven i digelen og noter vekta
8. Ta ut opphengs-apparatet av selve bomba
9. Sørg for at opphengs-apparatet er tørt (bruk papir til tørking)
10. Sett opphengs-apparatet i det stativet som står ved siden av instrumentet

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet av Claes Gøran Fristedt	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 02.2012	Revisjon 02.2020	Erstatter 06.2018	Dokumentnavn 1015_Arb_Kalori metri (energibestemmelse) _NO	Side 2/3

11. Plasser digelen, med prøven, i opphengs-apparatet og klipp til 10 cm av bomullstråden
12. Knyt bomullstråden rundt metalltråden i opphengs-apparatet og pass på at tråden kommer i god kontakt med prøven. Legg tråden helst under pelleten.
13. Fukt O-ringene i bombebeholderen: Sett opphengs-apparatet ned i bombebeholderen og vri den fast mot VENSTRE.
14. Steng lokket
15. Press "START" og "ENTER"
16. Run data file space warning - Trykk Yes
17. Rinse tank level warning – Trykk Yes
18. Accept auto sample ID – Trykk Yes
19. Enter bomb Id – Trykk enter
20. Enter sample – weight – skriv inn vekt
21. Trykk "ENTER" og analysen er i gang
22. Når analysen er avsluttet vaskes instrumentet automatisk
23. Lokket lukkes opp og opphengs-apparatet kan skrus ut av bombebeholderen (mot høyre)
24. Ta opphengs-apparatet forsiktig ut av instrumentet for å unngå mest mulig søl (digelen er full av vann)
25. Legg den brukte digelen i plastboksen til høyre for instrumentet og tørk opphengs-apparatet godt med papir
26. Gjenta punkt 5 til 25 ved analyse av flere prøver

Etter bruk

Steng av gassen, slå av strømbryteren og til slutt; dra ut støpslet.

8. Utregning

Resultatet kommer ferdig utregnet i MJ/kg.

9. Mulige feilmeldinger på instrumentet

«MISSFIRE» - kommer av at tråden ikke har vært skikkelig i kontakt med prøven. Lag ny prøve og forsøk en gang til.

«LOW PRESSURE» - bunnventilen ligger i feil posisjon eller det er for lavt oksygentrykk.

BIOVIT/NMBU						ARB
Utarbeidet av Claes Gøran Fristedt	Godkjent Hanne Kolsrud Hustoft	Gjelder fra 02.2012	Revisjon 02.2020	Erstatter 06.2018	Dokumentnavn 1015_Arb_Kalori metri (energibestemmelse)_NO	Side 3/3