ARBEIDSBESKRIVELSE
Institutt for husdyr- og akvakulturvitenskap, NMBU

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 CO_2 og H_2O, j.fr. forbrenning av metan i overskudd av oksygen.

$$CH_4 + 2O_2 = CO_2 + 2H_2O$$

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

2. Reagenser

Oksygengass, O_2- rimeligste kvalitet
Nitrogengass, N_2 - 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).

6. Spesielle merknader

Ved analyse av fete prøver skal prøven ikke pelleteres. Ved pelletering av slike prøver vil fettet presses 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. 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 ºC
   - BUCKET-temperaturen 27-28 ºC (første analyse kan starte ved 24-25 ºC)
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 fot at opphengs-apparatet er tørt (bruk papir til tørking)
10. Sett opphengs-apparatet i det stativet som står ved siden av instrumentet

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-ringen 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.