

Enseignement  
scientifique

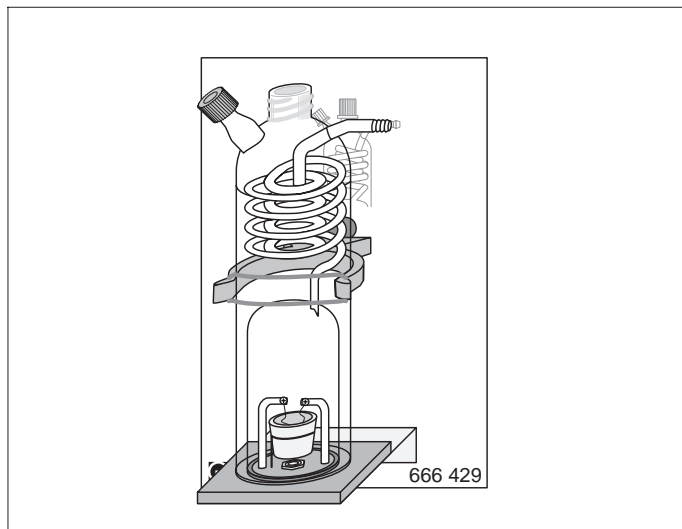
Formation  
professionnelle

Commercialisation  
des produits



LEYBOLD DIDACTIC GmbH

03/99-Se



## Mode d'emploi 667 325

Calorimètre pour des corps liquides et solides  
(667 325)

CPS-Calorimètre pour des corps liquides et  
solides (666 429)

### 1 Description

Le verre est le principal matériau de construction utilisé afin de permettre à l'expérimentateur d'observer le montage expérimental (fig. 1) et l'évolution de la réaction. Le calorimètre proprement dit est constitué de deux parties:

1. le récipient en verre et
2. le socle

Le récipient en verre ① (fig. 2), rempli de liquide pour calorimètre (en principe du H<sub>2</sub>O, mais aussi par ex. de l'éthanol) sert à relever la chaleur de combustion de corps solides et liquides. Il entoure entièrement la chambre de combustion, latéralement et sur le dessus. Les gaz chauds dégagés à la combustion sont transmis par un filament en verre ③ double puis à nouveau évacués ⑥ par une tubulure (vissée par un raccord GL 14) après avoir cédé leur énergie au corps en verre et au liquide contenu. Un agitateur en forme de palette ⑤ entraîné par un mélangeur ou agité manuellement garantit l'homogénéité du liquide du calorimètre. Il est très facile de remplacer l'agitateur en verre ⑤ qui fait partie du calorimètre par un petit mélangeur (666 820); l'appareil est ainsi plus facile à manipuler et bien plus léger.

La mesure de la température s'effectue à l'aide d'un thermomètre de précision ou d'un thermocouple ④ approprié (ne sont pas inclus au matériel livré; n de cat. recommandé: 666 176, thermomètre de précision, -10 à + 50 °C: 1/10 ou thermomètre numérique 666 209 ou 666 454 (version CPS) avec sonde de température à résistance CTN 666 212).

Le socle ② sert à la fixation du calorimètre et du creuset à combustion. Il comprend une plaque double sans amiante raccordée au matériel support à l'aide d'un anneau de fixation ⑦. La partie supérieure s'insère dans la chambre à combustion du récipient en verre ①, celle-ci étant ainsi parfaitement isolée de l'extérieur par un joint en caoutchouc cellulaire ⑧. Un peu de graisse de silicone appliquée sur ce joint en caoutchouc cellulaire évite tout échange de gaz entre la chambre de conditionnement et l'atmosphère extérieure en cas de fortes variations de la pression. Le creuset à combustion ⑨ dans lequel est pesé le matériau à brûler (solides tels que: du soufre, du carbone [charbon actif] etc. ou des liquides tels que: des alcools, du fuel etc.) est placé dans l'étrier métallique ⑩. L'allumage est électrique. Deux filaments chauffants ⑪ sont disponibles. Ils sont faciles à fixer et à changer étant donné qu'ils sont reliés aux supports d'électrodes ⑫ par deux vis. Les deux supports d'électrodes traversent le socle et sont pourvus en leur extrémité inférieure d'une douille de 4 mm ⑬.

La source de courant utilisée devrait être une alimentation en courant alternatif de tension variable (par ex. l'alimentation pour expériences de démonstration 667 826).

L'idéal n'est pas que la combustion ait lieu dans l'air mais plutôt dans de l'oxygène; l'alimentation en oxygène est réalisée par une petite tuyère au centre de la plaque, le transfert se termine à l'extérieur dans une tubulure ⑭ pour tuyaux de 8 mm de diamètre intérieur.

### Remarques de sécurité



Ne pas utiliser de substances très inflammables telles que par ex. l'essence ou l'éther.  
Danger d'explosion!

## 2 Montage expérimental

Le montage expérimental est réalisé soit à partir des modules du système de plaques pour la chimie (CPS) dans le cas du calorimètre (666 429) soit à l'aide du matériel support (calorimètre 667 325, nomenclature des composants à la fin de ce mode d'emploi). Dans le dernier cas, monter le socle ② du calorimètre au milieu d'un rail de base (666 603) (env. 15 cm au-dessus du bord de la table).

Fixer deux flacons laveurs couplés de part et d'autre du calorimètre (fig. 3). Une conduite part d'une bouteille d'oxygène ⑱ à manodétendeur pour se rendre au flacon laveur de gauche ⑲ le plus à l'extérieur. Ce flacon laveur reste vide, remplir le flacon de droite ⑳ d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$  concentré) jusqu'à un niveau d'env. 3 cm pour la dessiccation et la mesure du débit. Relier la sortie du flacon laveur à la tubulure ⑭ du socle ②. Relier la tubulure ⑥ dévissée du récipient en verre au premier flacon laveur ⑲ en aval à l'aide d'un petit bout de tuyau; ce flacon reste vide lui aussi (flacon de sécurité). Remplir d'absorbant (de préférence du KOH ou du NaOH pour l'absorption du  $CO_2$  ou du  $SO_2$  généré) le flacon laveur ⑳ d'à côté, le gaz qui s'échappe est évacué par la hotte.

Dévisser le filament chauffant ⑪, remplir le creuset ⑨ avec le matériau de combustion. Peser le creuset et le matériau de combustion, avant et après la combustion afin de définir la quantité de matériau brûlée.

## 3 Réalisation de l'expérience

Bien rincer l'intérieur du calorimètre avec de l'oxygène. Régler ensuite le flux d'oxygène de façon à ce qu'il se forme environ 2 à 4 bulles par seconde dans le flacon laveur en amont.

Le matériau de combustion est enflammé électriquement; il faut pour cela soigneusement relever le courant, la tension ainsi que la durée de l'allumage. Si on utilise l'alimentation pour expériences de démonstration (667 827) ainsi que le plus petit des deux filaments chauffants on aura à peu près les valeurs suivantes:

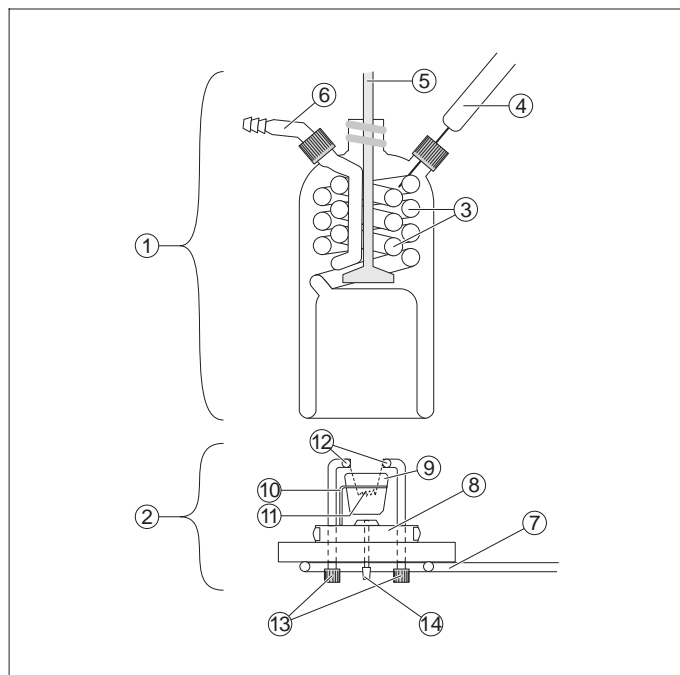
Tension:	9 V
Intensité du courant:	5 A
Temps:	5 à 10 s

Au début de la réaction, régler un flux d'oxygène assez important, au bout d'env. 30 s travailler avec un débit d'env. 2 bulles par seconde. Si c'est du soufre qui est brûlé, la bordure de flammes bleue est bien visible au-dessus du bord du creuset. Lorsqu'il s'agit de la combustion de carbone en grains le reflet de l'incandescence n'est visible que lorsque la pièce est dans l'obscurité. Interrompre la réaction au bout de 3 à 5 min. en coupant l'alimentation en oxygène. La température continue à augmenter pendant un certain temps, il faut encore agiter le liquide du calorimètre pendant env. 5 min. et c'est alors que la température pourra être relevée. Il est recommandé pour toutes les expériences de choisir des valeurs identiques du temps de réaction et du temps requis pour la correction de la température. La température pourra être relevée dès qu'elle aura cessé d'augmenter; séparer ensuite le récipient en verre du socle, enlever le filament chauffant et retirer le creuset en porcelaine de son support.

Accrocher le creuset et le matériau de combustion dans le support ⑩, immerger le filament chauffant ⑪ dans le matériau de combustion et le visser aux supports d'électrodes. Lorsqu'il s'agit de milieux liquides, le filament chauffant devra rester au-dessus de la surface; l'énergie émise par le filament chauffant suffit en principe pour enflammer les liquides, cela minimise les pertes par évaporation.

Relier les supports d'électrodes à l'alimentation brancher le voltmètre et l'ampèremètre. Peser le récipient en verre ① vide (avec l'agitateur ⑤ mais sans thermomètre ④), le remplir ensuite de liquide pour calorimètre (de l'eau par exemple) et le peser à nouveau. Finalement, le mettre sur le socle ② et l'isoler. Insérer le thermomètre, relier l'agitateur ⑤ à un mélangeur. Une fois la tubulure ⑥ vissée au récipient en verre ①, alimenter le calorimètre en oxygène. C'est au nombre de bulles dans les flacons laveurs avant et après le calorimètre que l'on peut vérifier si le système est étanche ou non. Bien mélanger le liquide du calorimètre pour une bonne correction de la température (agiter pendant env. 5 min.) avant de pouvoir relever la température initiale.

La variation de la température peut aussi être relevée par un thermomètre raccordé à un enregistreur. D'autre part, la saisie et l'exploitation de cette variation de température peuvent également être réalisées par un ordinateur et une interface CASSY.



- ① Récipient en verre
- ② Socle
- ③ Filament en verre (échangeur thermique)
- ④
- ⑤ Agitateur
- ⑥ Tubulure (évacuation du gaz)
- ⑦ Anneau support
- ⑧
- ⑨ Creuset à combustion (en porcelaine)
- ⑩ Etrier métallique (élément pour fixation du creuset)
- ⑪ Filament incandescent
- ⑫ Support d'électrode
- ⑬ Raccord pour électrode (douille de 4 mm)
- ⑭ Tubulure (arrivée du gaz)

Après la combustion, il suffit de peser le creuset en porcelaine et son contenu pour déterminer la substance consommée.

L'énergie libérée est théoriquement entièrement délivrée au calorimètre. Il est relativement facile de calculer la capacité calorifique totale du calorimètre à partir du poids et des chaleurs spécifiques des matériaux utilisés. En réalité, il y aura toujours des fuites thermiques, c.-à-d. que le rendement du calorimètre est  $\eta < 1$ .

#### 4 Exemple d'expérience

Peser du carbone (en grains) dans un creuset de Gooch et placer le creuset dans l'étrier métallique ⑩. Immerger le filament chauffant dans le creuset de Gooch et le recouvrir de carbone jusqu'à ce que le serpentín métallique ne soit plus visible. Il faudra ensuite visser les extrémités du fil métallique aux supports d'électrodes.

Peser le récipient en verre vide du calorimètre, le remplir d'eau et le peser à nouveau. Placer ensuite le récipient en verre sur le socle, l'isoler pour qu'il soit étanche, bien mélanger le liquide. Veiller à ce que la distance entre l'agitateur et la bille du thermomètre soit assez grande; un intervalle de sécurité de 3 à 5 mm suffit en principe.

Des fuites thermiques intempestives se manifestent par ex. en cas d'échauffement du socle, de transfert imparfait de la chaleur du gaz de combustion sur le serpentín de l'échangeur thermique ainsi que lors du transfert de chaleur du calorimètre à l'extérieur (atmosphère, matériel support, etc.).

Le rendement, c.-à-d. le pouvoir calorifique, doit être déterminé au cours d'expériences d'étalonnage; il s'agit dans ce cas d'une constante spécifique au matériel.

Brancher la bouteille d'oxygène ainsi que spécifié sur la fig. 3 et relever la température initiale au bout d'env. 5 min. (s'il s'agit d'une mesure manuelle). La combustion du matériau est lancée électriquement; relever également les valeurs du courant, de la tension et du temps. Au bout de 5 min., couper l'alimentation en oxygène, relever la température finale au bout de 5 autres minutes. Démontez le calorimètre, peser à nouveau le creuset contenant le carbone, relever la différence de poids obtenue pour une exploitation ultérieure.

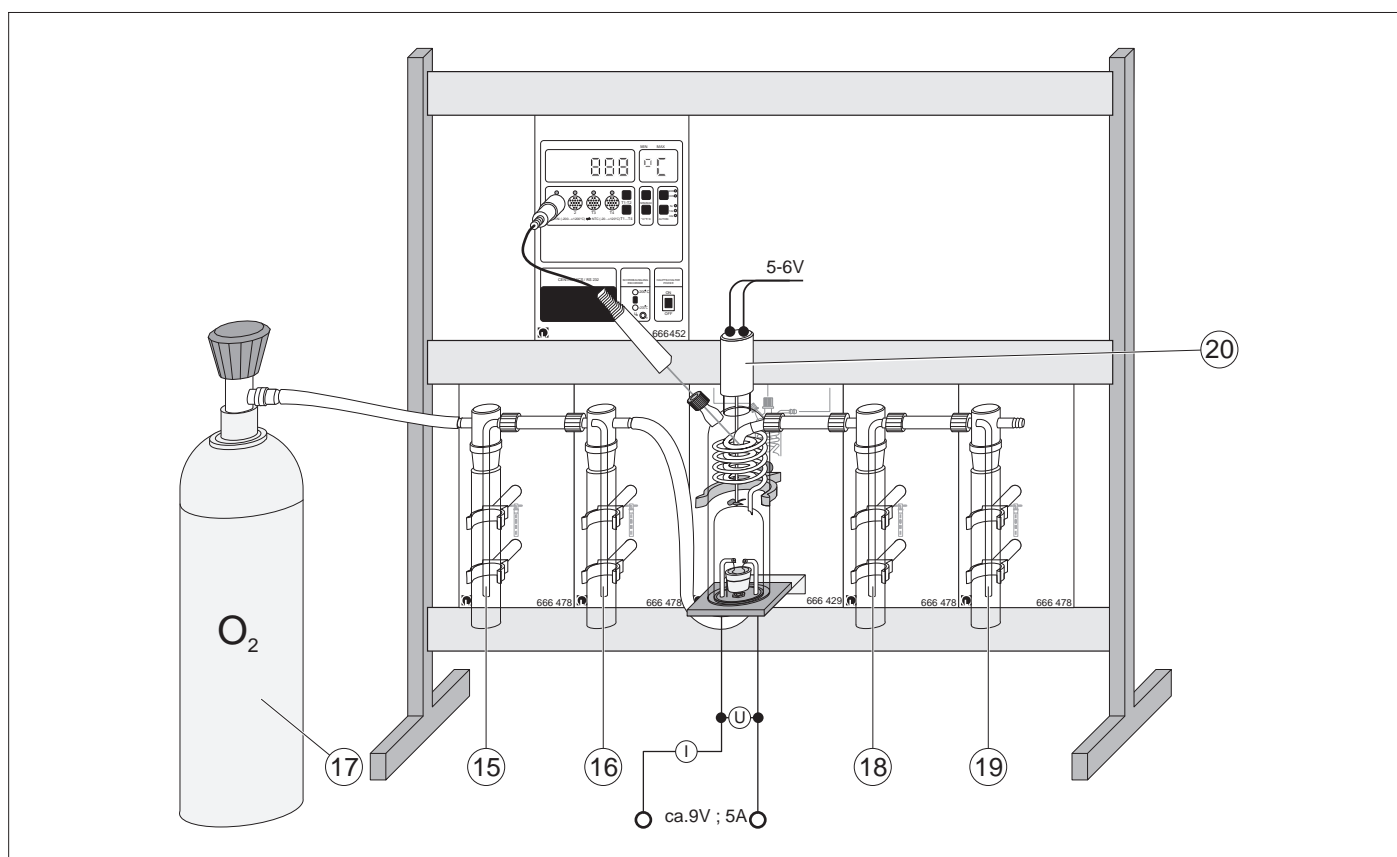


Fig. 3 CPS-Calorimètre (666 429)

- ⑩ Flacon laveur (flacon laveur de sécurité)
- ⑪ Flacon laveur
- ⑫ Bouteille d'oxygène
- ⑬ Flacon laveur (flacon laveur de sécurité)
- ⑭ Flacon laveur (absorbant)
- ⑮

## 5 Exploitation

Une fois l'expérience terminée, voici les données dont on dispose:

Creuset avec carbone avant la combustion:	22,74 g
Creuset avec carbone après la combustion:	22,40 g
Quantité de carbone brûlée:	0,34 g = 28,3 mMol
Température initiale:	294,4 K
Température finale:	297,1 K
Différence de température:	2,7 K
Poids du récipient du calorimètre $m_c$ :	692,9 g
Poids de l'eau $m_{H_2O}$ :	686,6 g
Energie d'allumage:	
Tension:	9 V
Intensité du courant:	5 A
Temps:	8 s

On peut déduire des valeurs données:

Chaleur spécifique du verre:

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

Chaleur spécifique de l'eau:

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

L'énergie libérée se répartie sur le récipient (en verre) du calorimètre et dans le liquide du calorimètre suivant le pouvoir calorifique des deux éléments.

Selon la formule:

$$-\Delta H = \Delta T (m_k \cdot C_k + M_{H_2O} \cdot C_{H_2O})$$

on a pour la quantité de carbone convertie:

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

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

On déduit maintenant une énergie d'allumage de 360 J.

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

A partir de 5 expériences d'étalonnage, un rendement de  $\eta = 0,810$  a été déterminé pour ce calorimètre, c.-à-d. que l'enthalpie obtenue doit être multipliée par le facteur 1,23.

On a ainsi

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

comme énergie délivrée.

L'enthalpie de réaction est rapportée à 1 Mol pour l'obtention de valeurs toujours comparables. On calcule pour cela:

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

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

La valeur théorique est

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

Cette valeur est un résultat remarquable pour un dispositif de démonstration de construction aussi simple. Pour une évaluation exacte de l'écart de -1,8 %, il faut en effet considérer 2 sources d'erreur principales:

1. Le relevé de la température s'effectue seulement avec une précision de  $\pm 0,1$  K ce qui signifie que pour une hausse de la température de  $\sim 2,5$  K, il n'est pas rare qu'il y ait une erreur de  $\pm 4$  %.
2. Les valeurs numériques à la base du calcul ne peuvent en partie être déterminées qu'à 1 %, l'exactitude du résultat total ne peut donc pas être supérieure à  $\pm 1$  %.

## 6 Liste du matériel

### 6.1 Version CPS

1	Calorimètre CPS pour les corps liquides et solides	666 429
2	Laveurs de gaz CPS	666 430
1	Petit mélangeur	666 820
1	Thermomètre numérique CPS	666 452
1	Sonde de température CTN	666 212
1	Raccord en verre, 2 GL 18	667 312
1	Tuyau en silicone, 1 m	667 194
1	Alimentation pour expériences de démonstration	667 827
1	Multimètre numérique pour expériences de démonstration	666 453
3	Câbles d'expérience, 50 cm de long, jeu de 2 câbles	501 45
1	Cartouche de gaz, O <sub>2</sub> , contenu géométrique, 10 l	661 011
1	Manodétendeur pour O <sub>2</sub> pour 661 011	661 016
1	Balance électronique à plusieurs plages, avec interface de données, 3100 g/0,1 g	667 789
1	Cadre profilé C 100	666 428

### 6.2 Version sur matériel support

1	Calorimètre pour les corps liquides et solides	667 325
1	Rail de base	666 603
11	Noix universelles	666 615
4	Tiges supports, 5 cm	666 605
1	Tige support, 75 cm	666 608
5	Pincés universelles	666 555
1	Pince universelle	301 72
4	Flacons laveurs de gaz	664 800
2	Embouts pour tube en verre	664 805
1	Embout pour tube en verre	664 806
1	Embout de sécurité	664 808
4	Pincés pour assemblage RN	665 392
2	Tuyaux en silicone	667 194
1	Alimentation pour expériences de démonstration	667 826
1	Câble d'expérience	501 46
2	Câbles d'expérience	501 45
1	Petit mélangeur	607 175
1	Bouteille de gaz, oxygène	661 011
1	Manodétendeur, oxygène	661 016
1	Thermomètre numérique	666 209
1	Sonde de température CTN	666 212
1	Multimètre numérique	667 908
1	Balance électronique, 3100 : 0,01g	667 789