MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:

DEFINICIÓN

Calor específico: Es la cantidad de energía requerida para incrementar la temperatura de 1 gr de una sustancia en 1°C.

APARATOS y REACTIVOS

1. Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC) marca Perkin Elmer o equipo similar
2. Balanza con precisión de 0.1 mg.
3. Porta muestras de aluminio; # de parte PE 0219-0041 (40uL abiertas); PE B014-3017 (50 uL selladas) o medida similar.
4. Pinzas de punta y accesorios para manejo de porta muestras.
5. Pipetas de plástico desechables de aprox 2 ml.
6. Nitrógeno grado industrial.
7. Oxígeno extra seco.

PROCEDIMIENTO (VER AYUDA VISUAL AL FINAL DEL MÉTODO)

Condiciones del instrumento:

1. En el área de tanques, abrir las válvulas de los tanques de Nitrógeno y de Oxígeno.
2. Verificar que el manómetro de salida del Nitrógeno marque 60 psi; ajustar si es necesario.
3. Encender el DSC con el switch que está colocado en la parte posterior al lado izquierdo del equipo.
4. Encender la computadora.
5. Abrir el programa Pyris.
6. Verificar limpieza del equipo; en caso de duda realizar programa de limpieza:
    a) asegurar que las celdas del equipo (de muestra y de referencia) se encuentren vacías.
    b) abrir la válvula del Oxígeno.
    c) dar clic en ***"clean furnace"***
    d) al terminar el programa de limpieza, cerrar la válvula de oxígeno.
7. Abrir válvula de Nitrógeno.
    a) verificar que el manómetro a la entrada del instrumento marque 6 psi; ajustar si es necesario.
8. Estabilizar DSC:
    a) Seleccionar 2 porta muestras que tengan peso similar
    b) colocar una de ellas en la celda de muestra y la otra en la celda de referencia
    c) calentar 20 minutos @ 80°C, usar la función ***"go temp"***
9. Introducir programa de calentamiento a utilizar.
    a) si es necesario cubrir rangos de temperatura muy largos se deben intercalar etapas isotérmicas.
    b) se deben utilizar etapas isotérmicas al inicio y al final del programa.
    c) se debe correr una etapa isotérmica 15°C antes y 15°C después de la temperatura de interés.
10. Por ejemplo, para una temperatura de interés de 100°C:
    a) ***"method editor"*** -> ***"program"***
    b) Etapa 1 (Isotérmica): 5 minutos @ 85°C
    c) ***"add a step"***
    d) Etapa 2 (Rampa): 85°C – 115°C @ 20°C/minuto
    e) ***"add a step"***
    f) Etapa 3 (Isotérmica): 5 minutos @ 115°C
11. Antes de correr línea base verificar que:
    a) no esté marcada la casilla ***"use baseline subtraction"***
    b) dar clic en ***"set heat flow to zero"***
12. Hacer corrida de línea base (dar clic en ***"star/stop"***)

Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:

13. Repetir corrida de línea base al menos 4 veces.
14. Retirar el porta muestras del lado de la celda de muestra (celda del lado izquierdo).
15. Colocar el safiro en el lado de la celda de muestra:
    a) Dar click en ***"use baseline subtraction"*** -> ***"browse"***
    b) seleccionar la última corrida de línea base (de las 4 repeticiones).
    c) introducir el peso del safiro (por ejemplo, Weight = 29.800 mg)
    d) Dar click en ***"set heat flow to zero"***
    e) hacer corrida del safiro
16. Retirar el safiro de la celda de muestra.

Análisis de muestra:

17. Pesar muestra problema en porta muestras (cuidar que la muestra cubra toda el área del porta muestras).
18. Colocar dentro del equipo DSC, en la celda del lado izquierdo (celda de muestra):
    a) introducir el peso de muestra
    b) dar click en ***"set heat flow to zero"***
    c) hacer corrida de la muestra.

Cálculos:

19. Seleccionar la corrida de línea base del safiro
    a) dar clic en ***"tools"*** -> ***"tables"***
    b) registrar el valor del ***"heat flow"*** del safiro a la temperatura de interés.
20. Seleccionar la corrida de la muestra problema.
    c) dar clic en ***"tools"*** -> ***"tables"***
    d) registrar el valor del ***"heat flow"*** de la muestra problema a la temperatura de interés.
21. Cálculos

$$Cp\ (J/gr) = \frac{(E * H * 60)}{Hr * M}$$

E = constante de calibración
H = valor de heat flow de la muestra (mW)
60 = constante de conversión (min -> seg)
Hr = velocidad de calentamiento (°C/min)
M = masa de muestra (mg)

$$E = \frac{(Cp_s * Hr * M)}{H * 60}$$

H = valor de heat flow del safiro (mW)
60 = constante de conversión (min -> seg)
Hr = velocidad de calentamiento (°C/min)
M = masa de safiro (mg)
Cp_s = Cp safiro a la temperatura de interés (buscar en tablas)

22. Registrar según ES-AS-08 "Registros de Resultados del Manual de Técnicas de Análisis"
23. FIN.

Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:

AYUDA VISUAL:

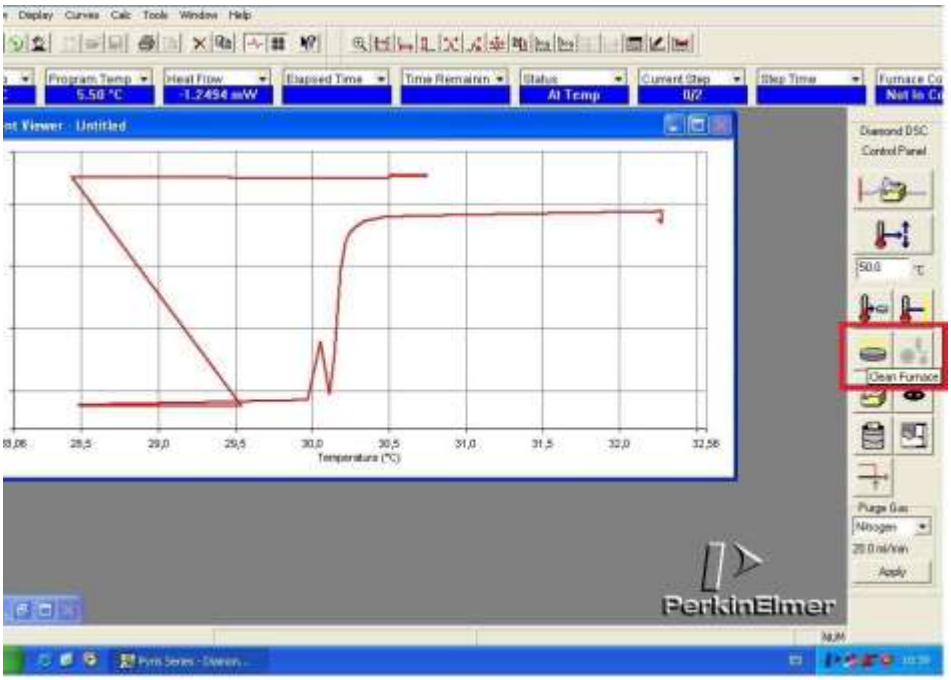
Seleccionar programa Pyris.

Iniciar programa Pyris.

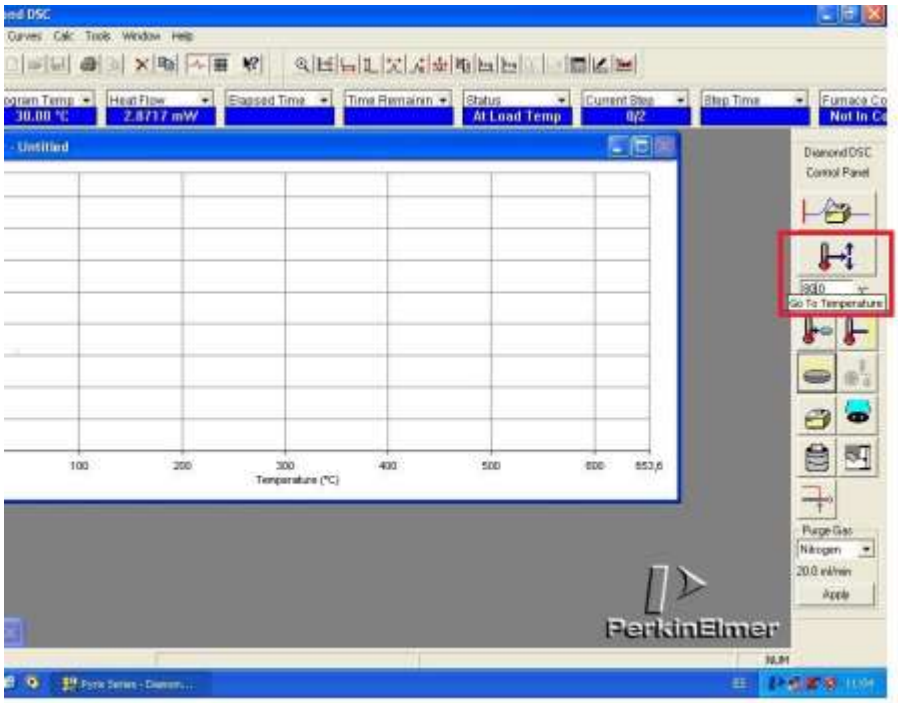
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:



Limpiar equipo ("clean furnace").

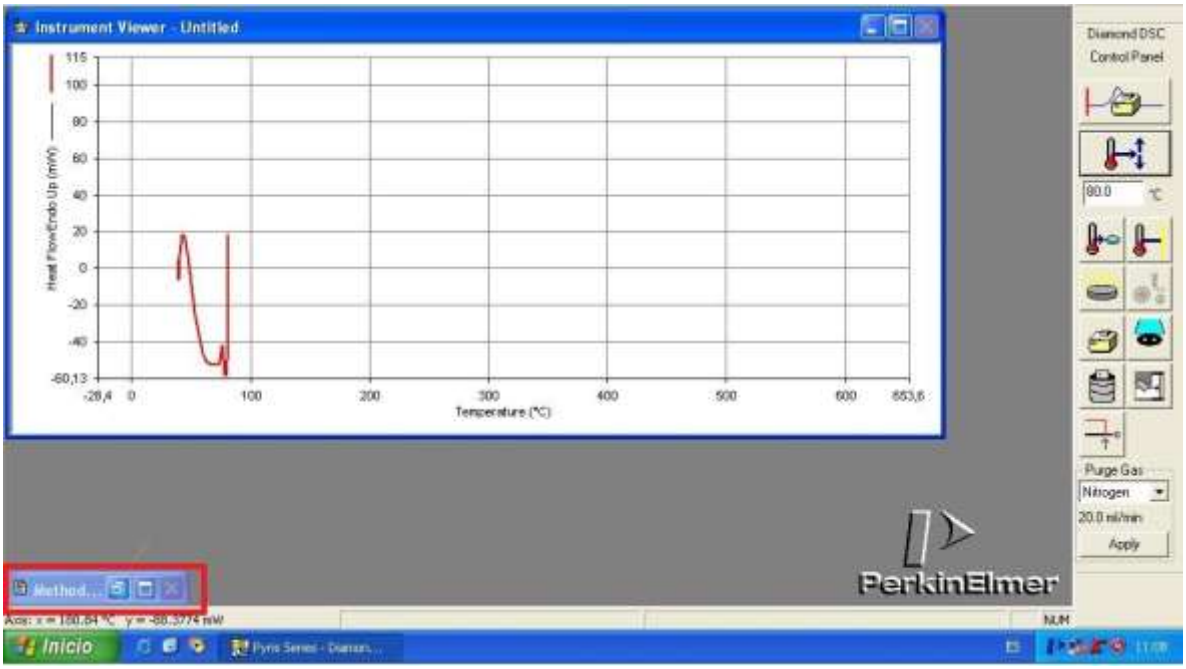


Ir a temperatura deseada ("go temp").

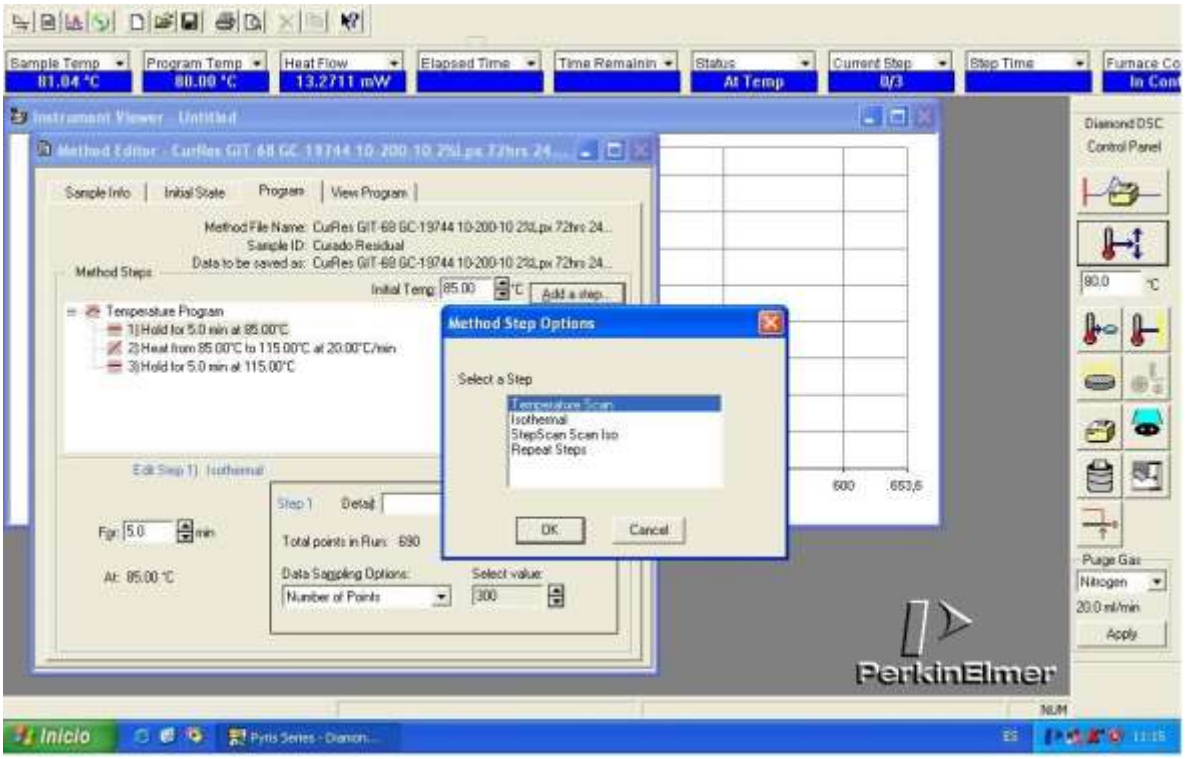
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:



Abrir editor de métodos.

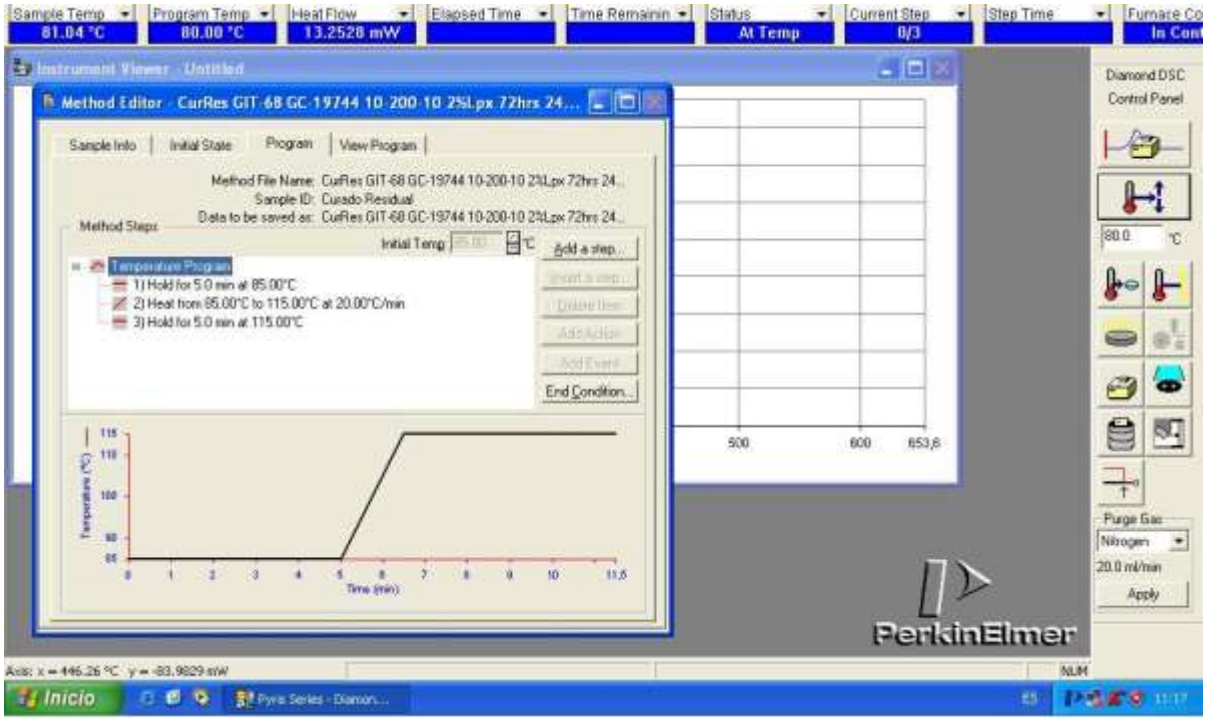


Editar etapas del método.

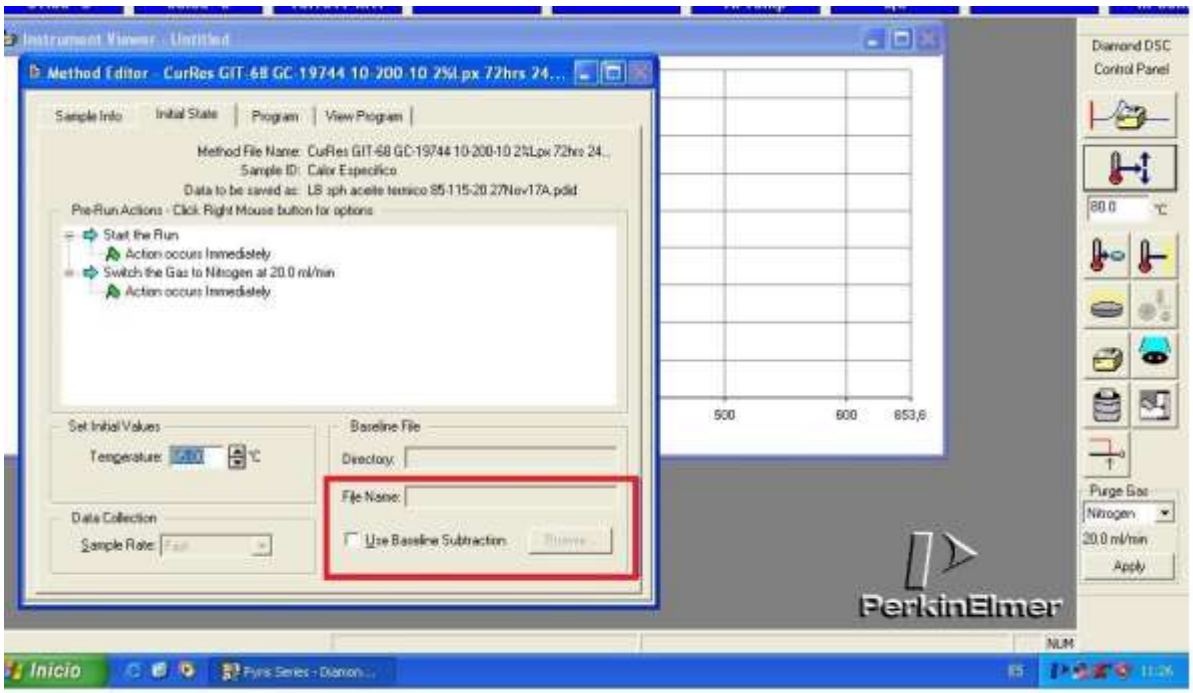
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:



Ver programa de temperatura.

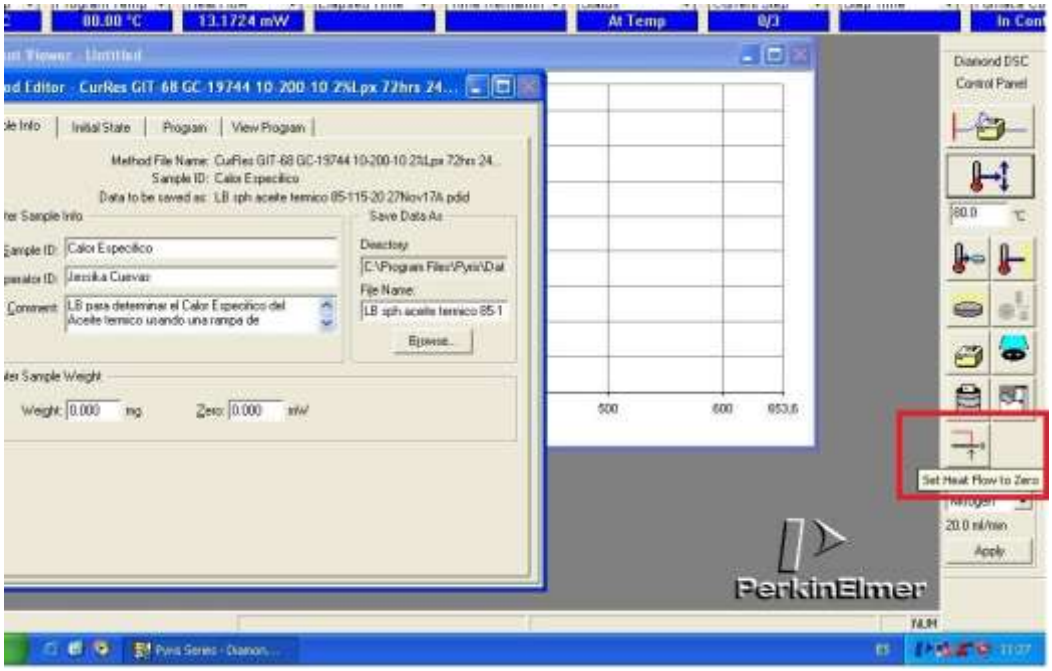


Substracción de línea base.

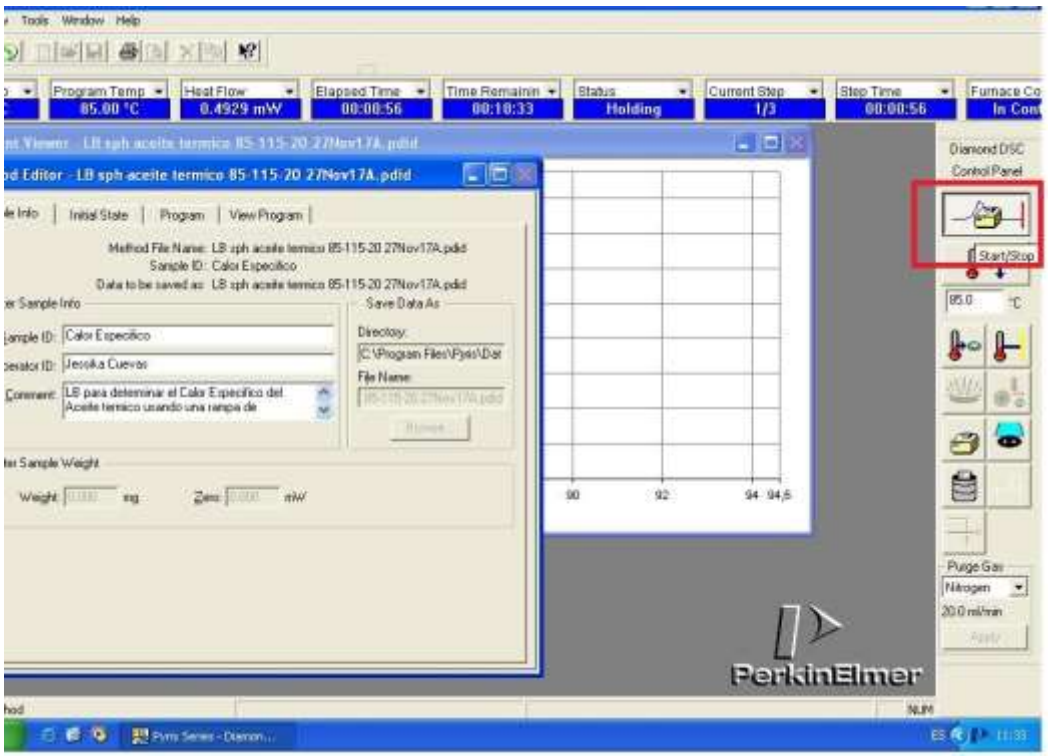
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:



Poner "heat flow" a cero.

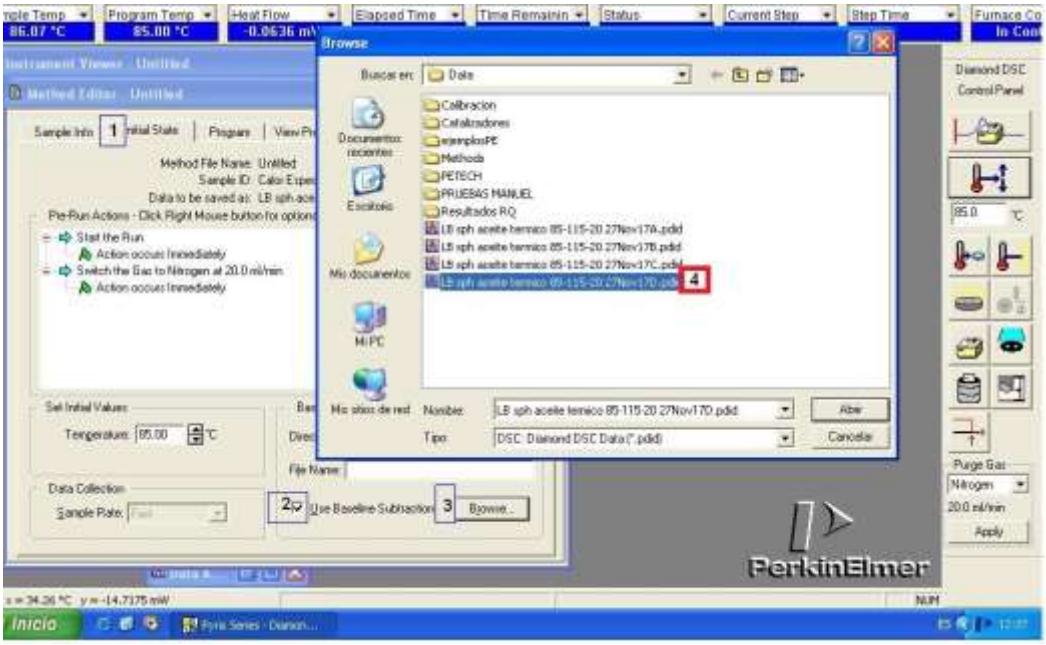


Iniciar/detener corrida.

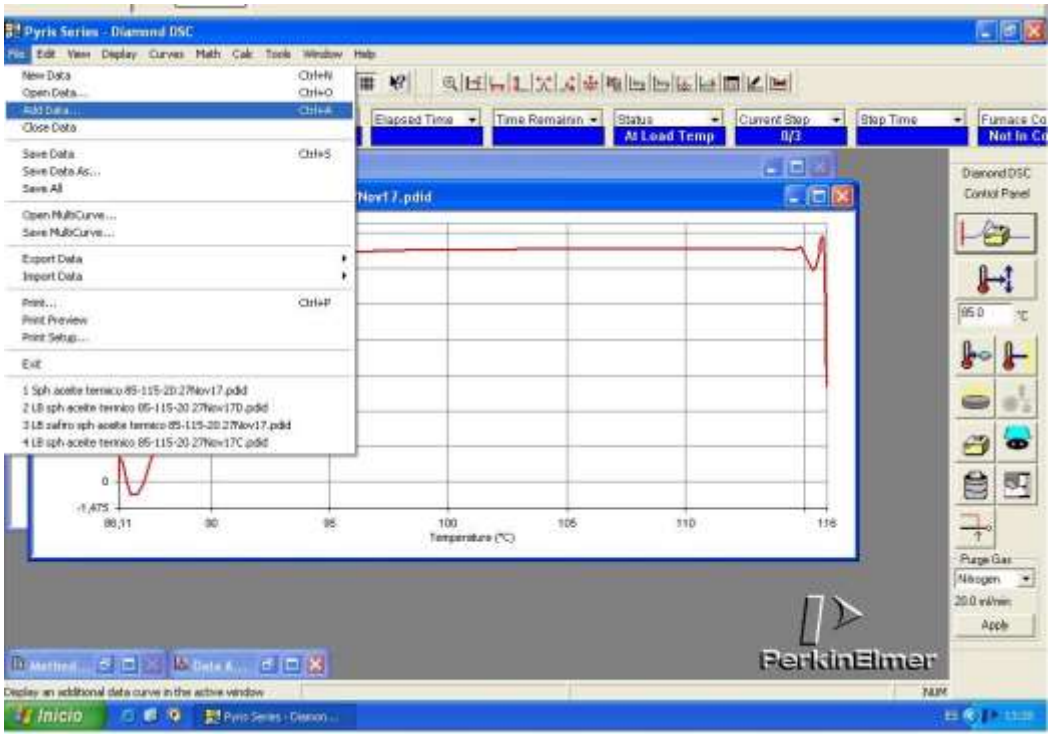
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:



Seleccionar corrida de línea base.

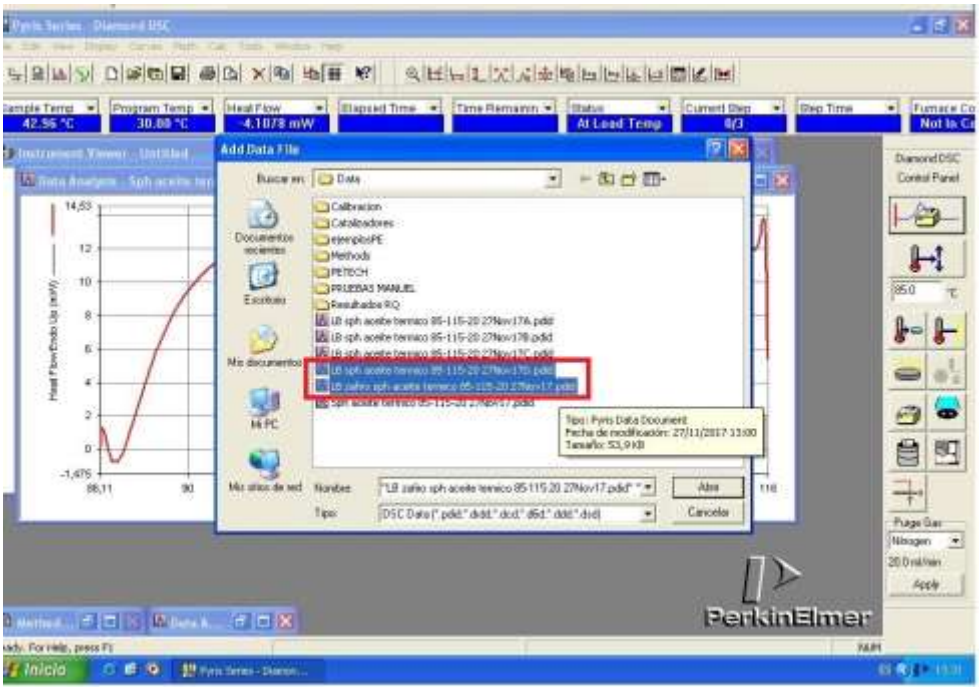


Añadir la corrida del safiro y de la muestra problema.

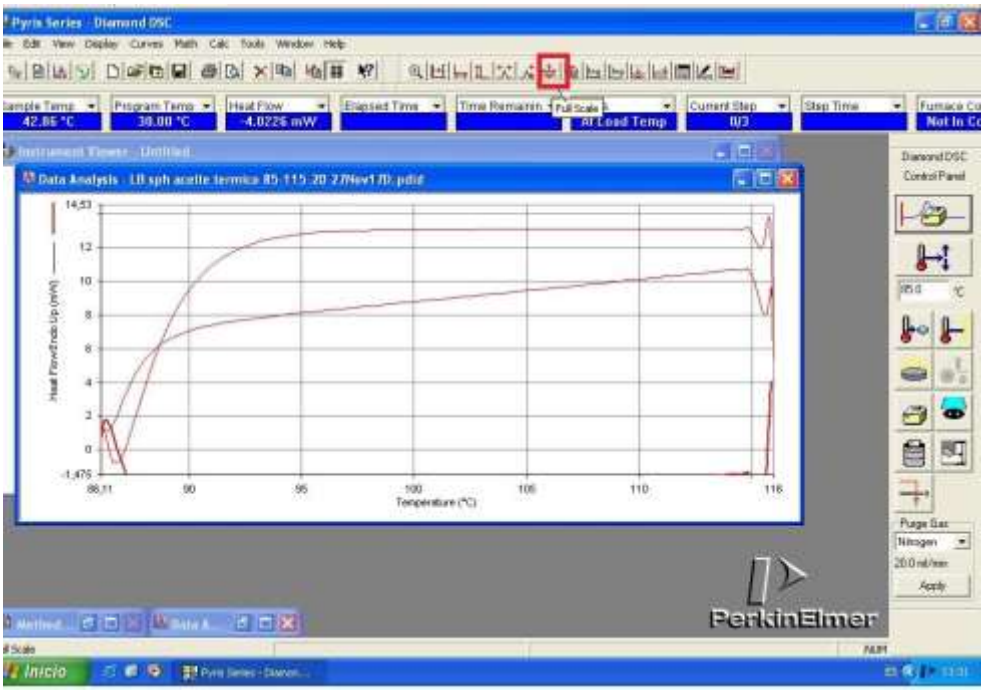
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	TARQ-678
DESCRIPCIÓN:	DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO

TARQ:



Seleccionar la corrida del safiro y de la muestra problema.

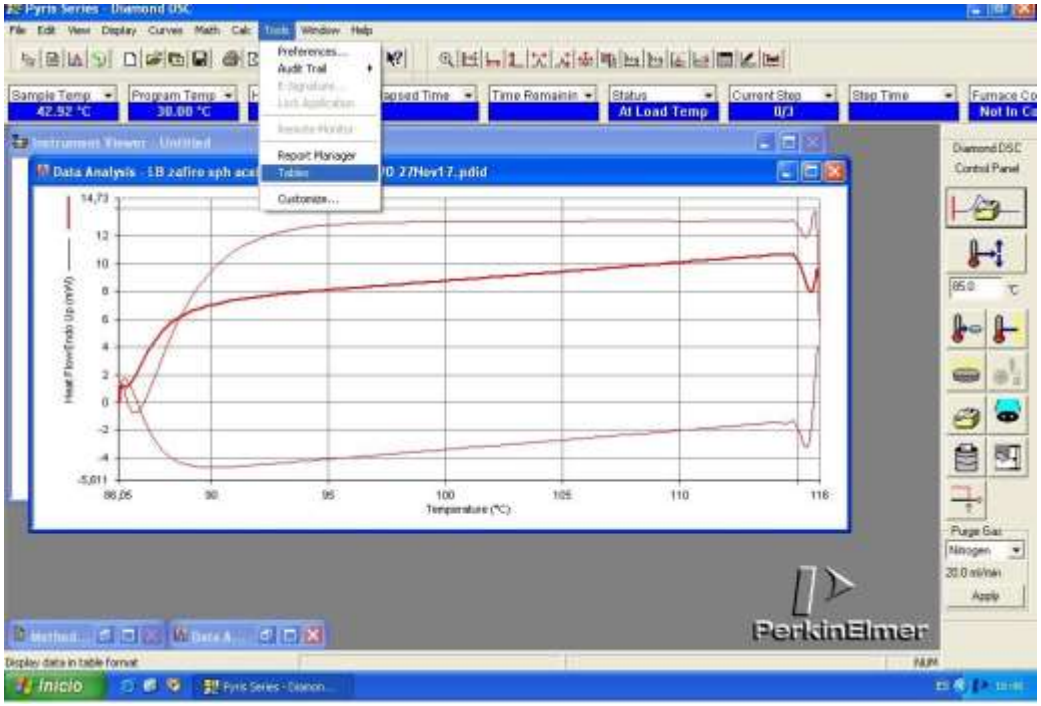


Ver escala completa.

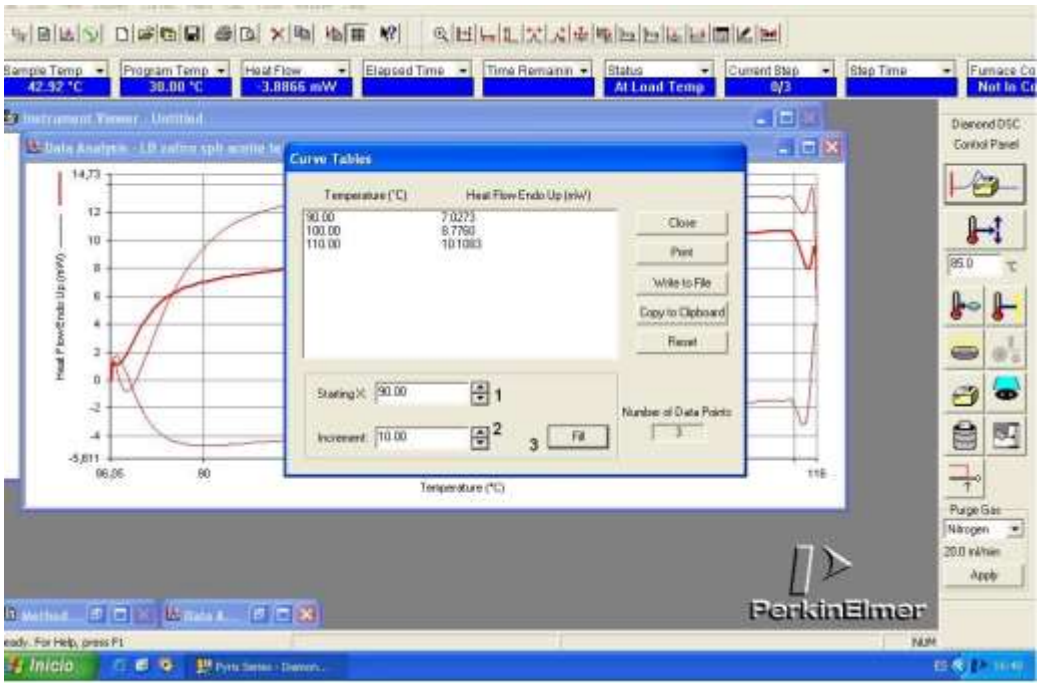
Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.

MÉTODO:	**TARQ-678**
DESCRIPCIÓN:	**DETERMINACION DE CALOR ESPECIFICO**

TARQ:



Abrir herramienta de tablas.



Seleccionar rangos y temperatura de interés.

Este archivo electrónico es un Documento que está en el sitio de Intranet de Reacciones Químicas como Documento Controlado. El Documento es NO controlado al ser impreso. El usuario es responsable de verificar que su versión impresa es la versión actualizada antes de la utilización.