

RELAZIONE DI LABORATORIO

(I esperienza)

Determinazione del calore di combustione del saccarosio da misure calorimetriche (Bomba di Mahler)

CALORIMETRO UTILIZZATO: CALORIMETRO DI BERTHELOT-
MAHLER

Questa esperienza ha l'obiettivo di calcolare il calore di combustione del saccarosio mediante misure calorimetriche. La sostanza di cui si vuole determinare il calore di combustione viene introdotta nella bomba calorimetrica insieme ad una quantità di ossigeno più che sufficiente per far avvenire la reazione.

Per innescare il processo è necessario far passare della corrente su un filo che avvolge il campione da analizzare usato sottoforma di pasticca (ottenuta per compressione a partire dalla polvere).

Il calore sviluppato, Q_v , sia durante la reazione di combustione della sostanza che dalla combustione del filo (che per semplicità operativa trascureremo) provocherà una variazione di temperatura dell'acqua in cui è immersa la bomba calorimetrica, che potrà essere misurata mediante il termometro digitale presente nell'apparecchio.

L'esperimento verrà eseguito due volte: prima utilizzando l'acido benzoico come sostanza standard necessaria per la determinazione della capacità termica, C , (valore necessario per il calcolo di Q_v) del calorimetro, e poi utilizzando il campione oggetto di studio (il saccarosio) per calcolare, nota la capacità termica C , il calore di combustione della sostanza studiata.

Di seguito sono state riportate delle fotografie dell'apparato strumentale utilizzato, indicando i diversi componenti da cui è formato.



Bagno termico

Camicia isolante



Sfiato

contatto elettrico

Valvola ingresso ossigeno

supporto plastico isolante



Tappo a vite

contatti elettrici

Crogiuolo di quarzo

rocchetto filo di ferro

Bomba

pesa filtri

Pasticche acido benzoico

pinza

Il caricamento del reattore (bomba) avviene nelle seguenti fasi:

1. Realizzare la spirulina di ferro per l'innesco elettrico della reazione;

3. Legare la spirulina ai contatti elettrici della bomba e posizionarla nel crogiuolo;

4. Pesare (utilizzando una bilancia analitica) la pasticca di acido benzoico (o saccarosio) con il pesa filtri; posizionarla, poi, nel crogiuolo al di sopra della spirulina facendo in modo che la spirulina avvolga completamente la pasticca;

N.B. Per la pesata della pasticca: pesare la pasticca nel pesa filtri, e dopo aver posizionato la pasticca nel crogiuolo pesare il pesa filtri "vuoto". Il peso della pasticca verrà determinato per differenza:

$(\text{peso crogiuolo} + \text{pasticca}) - \text{peso crogiuolo "vuoto"};$

5. Chiudere la bomba avvitando il tappo (durante tale fase, agire con cautela perché eventuali vibrazioni o movimenti bruschi potrebbero far "allontanare" la pasticca dalla spirale di ferro e quindi non avverrà nessuna combustione);

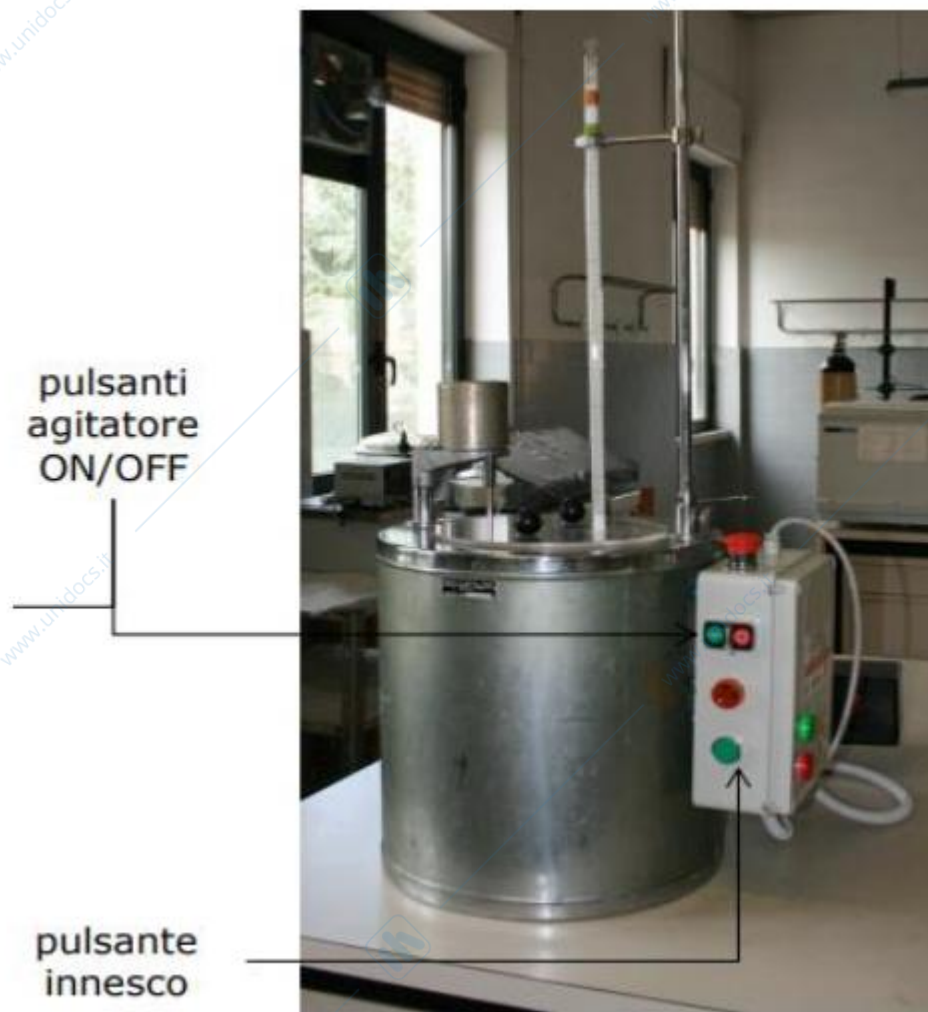
6. Caricare la bomba con ossigeno in eccesso a circa 25-30 atm .

Una volta preparato il reattore va inserito all'interno del calorimetro:

7. Posizionare la bomba all'interno del calorimetro al centro del serbatoio che contiene l'acqua del bagno termico (la bomba calorimetrica deve essere ricoperta di acqua sino alla sommità evitando che l'acqua bagni i contatti elettrici);

8. Collegare i contatti elettrici (non ha importanza la polarità) e chiudere il calorimetro con i coperchi presenti;

10. Posizionare l'agitatore meccanico ed il termometro (digitale) nel bagno termico in modo che peschino circa a metà del volume di acqua (porre attenzione al fatto che non debbano toccare le pareti del cestello o della bomba);



11. Accendere l'agitatore;

12. Attendere (circa 5 minuti) che la T sia costante, e procedere con l'esperimento.

Ricordarsi che è necessario determinare C quando il calorimetro è completo di tutti gli accessori, altrimenti C varierebbe;

13. I primi punti di T verranno raccolti ogni 30 secondi per un totale di 20 minuti.

Azionare il cronometro e raccogliere i punti di T in continuo;

14. Dopo la raccolta dei 20 punti, innescare la bomba mediante il tasto verde. Potrebbe essere utile tenere premuto il tasto di accensione per qualche secondo;

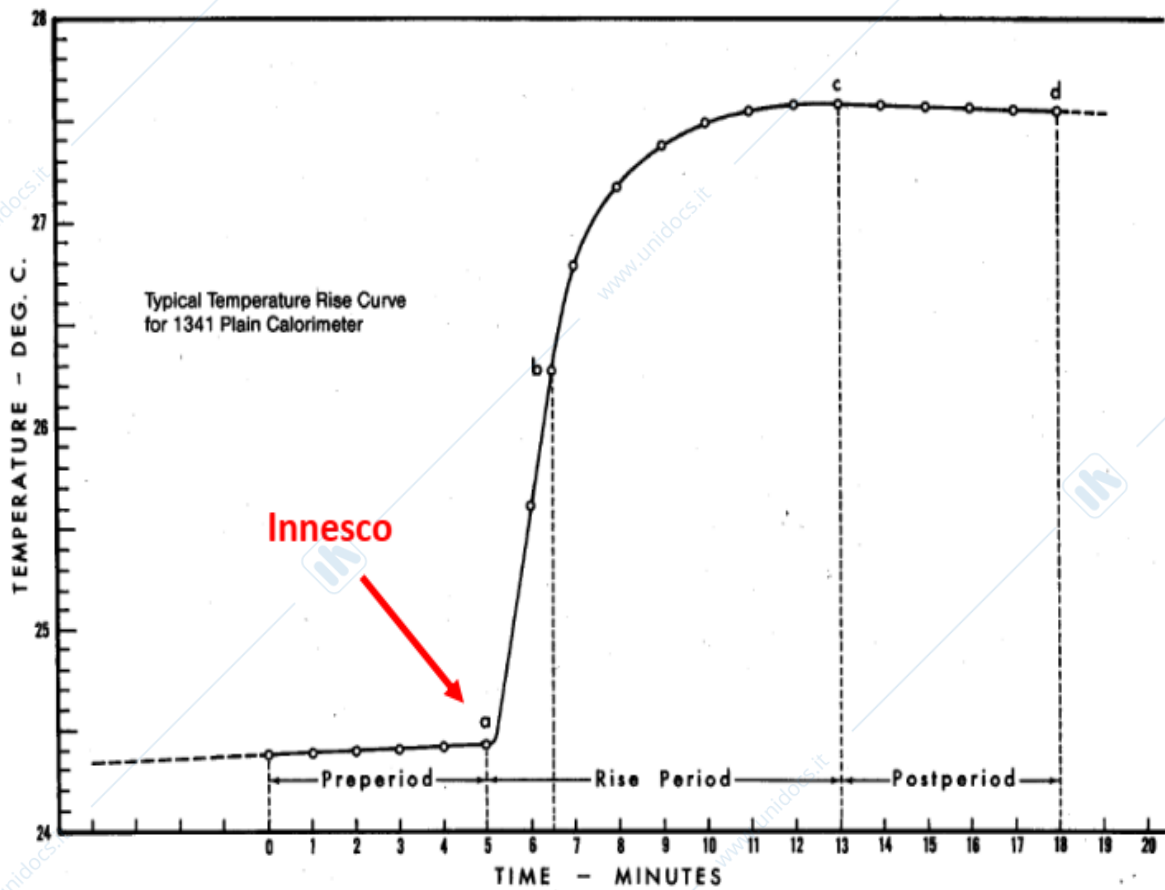
15. Continuare con la lettura della T in continuo e ogni 10 secondi finché il suo valore non si stabilizzerà come nel tratto iniziale;

16. Dopo la stabilizzazione della T, continuare con le letture di T ogni 30 secondi per un totale di 20 minuti.

In questa prima fase, i dati raccolti vi permetteranno di calcolare C noto il calore di combustione dell'acido benzoico.

17. Al termine dell'esperimento, aprire il calorimetro, tirar fuori la bomba assicurandosi che il volume di acqua all'interno del calorimetro non vari. L'operazione dovrà essere effettuata con delicatezza ponendo la bomba sul bancone di laboratorio. A questo punto, la bomba calorimetrica prima di essere aperta deve essere sfiatata seguendo le istruzioni fornite dal docente. Asciugare eventuali gocce di acqua presenti all'interno della bomba calorimetrica; 18. Ripetere l'esperimento come indicato a partire dal punto (1) utilizzando la pasticca di saccarosio.

L'unica differenza consiste nel fatto che l'acqua è già presente nel calorimetro e il suo volume NON DEVE CAMBIARE (QUINDI L'ACQUA NON VA SOSTITUITA).



20 punti
(uno ogni 30 secondi)

X punti
(uno ogni 10 secondi)

20 punti
(uno ogni 30 secondi)

Elaborazione dati

1. Riportare in grafico i valori di T registrati in funzione del tempo sia per la combustione del saccarosio che dell'acido benzoico. I GRAFICI SARANNO COSTRUITI SU CARTA MILLIMETRATA MANUALMENTE.

2. Determinare T_m .

3. Calcolare il ΔT corretto con il metodo grafico di Dickinson.

4. Calcolare, quindi, la capacità termica del calorimetro e il calore di combustione del saccarosio (esprimendolo con l'errore associato).

Saccarosio		Ac. benzoico	
T(°c)	t(m)	T(°c)	t(m)
18,86	0	17,13	0
18,86	0,5	17,12	0,5
18,83	1	17,13	1
18,84	1,5	17,13	1,5
18,82	2	17,13	2
18,86	2,5	17,12	2,5
18,83	3	17,13	3
18,82	3,5	17,14	3,5
18,84	4	17,14	4
18,83	4,5	17,14	4,5
18,83	5	17,13	5
18,82	5,5	17,14	5,5
18,83	6	17,13	6
18,82	6,5	17,14	6,5
18,83	7	17,13	7
18,84	7,5	17,12	7,5
18,84	8	17,13	8
18,82	8,5	17,12	8,5
18,81	9	17,12	9

18,81	9,5	17,12	9,5
18,85	9,6	17,1	9,6
18,93	9,8	17,12	9,8
19,15	10	17,14	10
19,48	10,1	17,25	10,1
19,62	10,3	17,43	10,3
19,77	10,5	17,6	10,5
19,87	10,6	17,78	10,6
19,98	10,8	18	10,8
20,1	11	18,12	11
20,13	11,1	18,23	11,1
20,2	11,3	18,34	11,3
20,25	11,5	18,36	11,5
20,27	11,6	18,45	11,6
20,31	11,8	18,49	11,8
20,35	12	18,55	12
20,38	12,1	18,57	12,1
20,37	12,3	18,6	12,3
20,4	12,5	18,6	12,5
20,4	12,6	18,67	12,6
20,42	12,8	18,68	12,8
20,43	13	18,68	13
20,44	13,1	18,69	13,1
20,44	13,3	18,72	13,3
20,43	13,5	18,72	13,5
20,48	13,6	18,73	13,6
20,5	13,8	18,73	13,8
20,44	14	18,75	14
20,49	14,1	18,77	14,1
20,48	14,3	18,75	14,3
20,5	14,5	18,77	14,5
20,47	14,6	18,77	14,6
20,5	14,8	18,76	14,8
20,49	15	18,77	15
20,47	15,5	18,79	15,1
20,5	16	18,78	15,3
20,5	16,5	18,78	15,5
20,5	17	18,75	15,6
20,51	17,5	18,76	15,8
20,45	18	18,8	16
20,45	18,5	18,8	16,1
20,47	19	18,78	16,6
20,47	19,5	18,78	17,1
20,46	20	18,79	17,6
20,46	20,5	18,79	18,1
20,45	21	18,78	18,6
20,45	21,5	18,78	19,1

20,41	22	18,8	19,6
20,42	22,5	18,77	20,1
20,43	23	18,75	20,6
20,44	23,5	18,77	21,1
20,44	24	18,77	21,6
20,41	24,5	18,77	22,1
20,41	25	18,77	22,6
		18,77	23,1
		18,76	23,6
		18,77	24,1
		18,75	24,6
		18,77	25,1
		18,75	25,6
		18,75	26,1

www.unidocs.it - Appunti e dispense per superare i tuoi esami universitari

www.unidocs.it - Appunti e dispense per superare i tuoi esami universitari

ELABORAZIONE DATI DELL'ACIDO BENZOICO

$$T_F = 18,79 \text{ } ^\circ\text{C} \quad T_i = 17,12 \text{ } ^\circ\text{C} \quad T_M = \frac{T_i + 2T_F}{3} = \frac{17,12 + 2 \cdot 18,79}{3} = 18,23 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$T_{F \text{ corretto}} = 18,81 \text{ } ^\circ\text{C} \quad T_{i \text{ corretto}} = 17,12 \text{ } ^\circ\text{C} \quad \Delta T = T_{F.c} - T_{i.c} = 18,81 - 17,12 = 1,69 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$m_{A. \text{ BENZOICO}} = 8,6201 \text{ g} - 7,9102 \text{ g} = 0,7099 \text{ g} \quad MM_{A. \text{ BENZ.}} = 122,13 \text{ g/mol}$$

$$\Delta H_{A. \text{ BENZ.}}^\circ = -772 \text{ kcal/mol} \quad T_M = 18,23 \text{ } ^\circ\text{C} = 291,37 \text{ K}$$

$$\Delta H_r = n_{A. \text{ BENZ.}} \cdot \Delta H_{A. \text{ BENZ.}}^\circ = \frac{0,7099 \text{ g}}{122,13 \text{ g/mol}} \cdot -772 \text{ kcal/mol} = -4,487 \text{ kcal} = Q_p$$

$$Q_v = Q_p - RT_M \Delta n = -4,487 \text{ kcal} - 1,987 \frac{\text{cal}}{\text{mol} \cdot \text{K}} \cdot 291,37 \text{ K} \cdot -\frac{1}{2} \text{ mol} = -4197,5 \text{ cal}$$

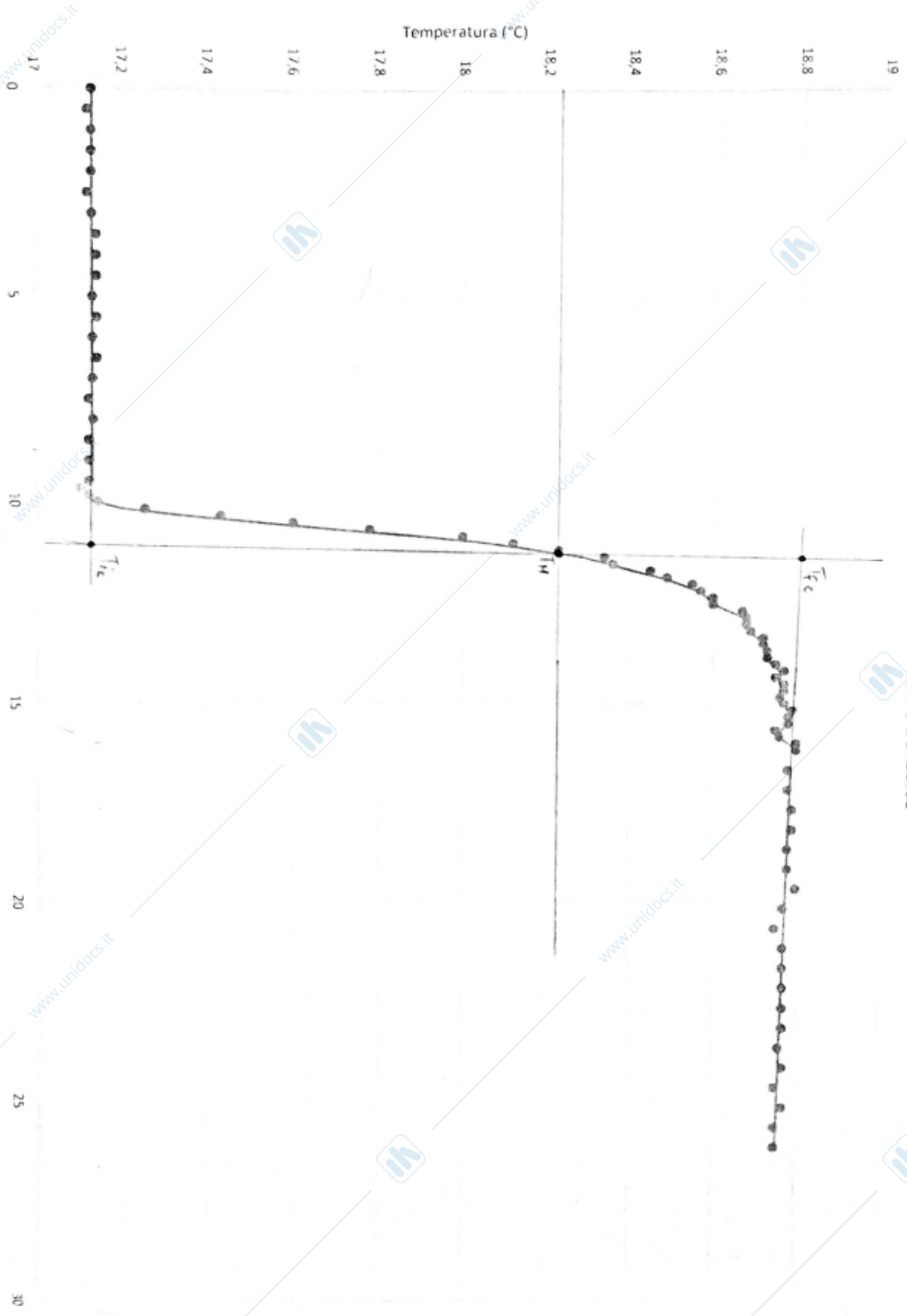
$$C = -\frac{Q_v}{\Delta T} = \frac{4197,5 \text{ cal}}{1,69 \text{ K}} = 2483,7 \text{ cal/K}$$

$$\delta T = 0,01 \text{ K} \quad \delta m = 0,1 \text{ mg} = 10^{-4} \text{ g}$$

$$C = -\frac{Q_v}{\Delta T} = -\frac{Q_p - RT_M \Delta n}{\Delta T} = -\frac{m_{A. \text{ BENZ.}} \cdot \frac{1}{MM_{A. \text{ BENZ.}}} \cdot \Delta H_{A. \text{ BENZ.}}^\circ - RT_M \Delta n}{\Delta T}$$

$$\delta C = \sqrt{\left(\frac{\delta C}{\delta m} \delta m\right)^2 + \left(\frac{\delta C}{\delta \Delta T} \delta T\right)^2 + \left(\frac{\delta C}{\delta T_M} \delta T_M\right)^2} = \sqrt{\left[\left(\frac{\Delta H_{A. \text{ BENZ.}}^\circ}{MM \cdot \Delta T}\right) \delta m\right]^2 + \left[\left(-\frac{m_{A. \text{ BENZ.}} \cdot \frac{1}{MM} \cdot \Delta H_{A. \text{ BENZ.}}^\circ + RT_M \Delta n}{\Delta T^2}\right) \delta T\right]^2 + \left[\left(-\frac{R \Delta n}{\Delta T}\right) \delta T_M\right]^2}$$

$$= \sqrt{\left[\left(\frac{-772 \cdot 10^3}{122,13 \cdot 1,69}\right) \cdot 10^{-4}\right]^2 + \left[\left(-\frac{0,7099 \cdot -772 \cdot 10^3}{122,13 \cdot 1,69^2} + \frac{1,987 \cdot 291,37 \cdot 0,5}{1,69^2}\right) 0,01\right]^2 + \left[\left(-\frac{1,987 \cdot 291,37 \cdot 0,5}{1,69}\right) \cdot 0,01\right]^2} = 14,8 \text{ cal/K}$$



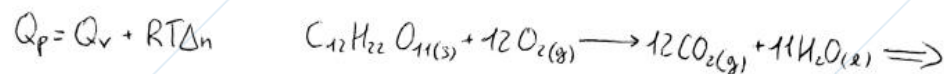
ELABORAZIONE DATI DEL SACCAROSIO

$$T_F = 20,50 \text{ } ^\circ\text{C} \quad T_i = 18,81 \text{ } ^\circ\text{C} \quad T_H = \frac{T_i + 2T_F}{3} = \frac{18,81 + 2 \cdot 20,50}{3} = 19,94 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$T_{F,c} = 20,53 \text{ } ^\circ\text{C} \quad T_{i,c} = 18,82 \text{ } ^\circ\text{C} \quad \Delta T = T_{F,c} - T_{i,c} = 20,53 - 18,82 = 1,71 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$m_{\text{SACCAROSIO}} = 9,0770 \text{ g} - 7,9121 \text{ g} = 1,1649 \text{ g} \quad MM_{\text{SACCAROSIO}} = 342,299 \text{ g/mol}$$

$$C = -2483,7 \text{ cal/K} \quad Q_v = -C \Delta T = -2483,7 \text{ cal/K} \cdot 1,71 \text{ K} = -4247,2 \text{ cal}$$



$$\implies \Delta n = 0 \implies Q_p = Q_v$$

$$\Delta H = \frac{Q_p}{n_{\text{SAC}}} = \frac{Q_p}{m_{\text{SAC}} \cdot \frac{1}{MM_s}} = \frac{-4247,2 \text{ cal}}{1,1649 \text{ g} \cdot \frac{1}{342,299 \text{ g/mol}}} = -1248,014 \text{ Kcal}$$

$$\Delta H = \frac{-C \Delta T}{m_{\text{SAC}} \cdot \frac{1}{MM_s}} \quad \delta C = 14,8 \text{ cal/K} \quad \delta T = 0,01 \text{ K} \quad \delta m = 10^{-4} \text{ g}$$

$$\delta \Delta H = \sqrt{\left(\frac{\delta \Delta H}{\delta C} \delta C\right)^2 + \left(\frac{\delta \Delta H}{\delta \Delta T} \delta \Delta T\right)^2 + \left(\frac{\delta \Delta H}{\delta m} \delta m\right)^2} =$$

$$= \sqrt{\left(-\frac{\Delta T}{m_s \cdot \frac{1}{MM_s}} \cdot \delta C\right)^2 + \left(-\frac{C}{m_s \cdot \frac{1}{MM_s}} \cdot \delta \Delta T\right)^2 + \left(\frac{C \Delta T}{m_s^2 \cdot \frac{1}{MM_s}} \delta m\right)^2} =$$

$$= \sqrt{\left(-\frac{1,71}{1,1649 \text{ g} \cdot \frac{1}{342,299}} \cdot 14,8\right)^2 + \left(+\frac{2483,7}{1,1649 \cdot \frac{1}{342,299}} \cdot 0,01\right)^2 + \left(\frac{-4247,2}{1,1649^2 \cdot \frac{1}{342,299}} \cdot 10^{-4}\right)^2} =$$

$$\delta \Delta H = 10420,1 \text{ cal} = 10,42 \text{ Kcal}$$



Osservazioni

Dai termogrammi si possono notare due cose:

- I tratti finali ed iniziali di entrambi i termogrammi non sono perfettamente paralleli all'asse delle x ma hanno una leggera pendenza negativa questo poiché il calorimetro non è perfettamente adiabatico ed è quindi soggetto a lievi scambi di calore con l'esterno che fanno variare la temperatura
- I tratti principali di entrambi i termogrammi non sono lineari ma bensì curvano in prossimità della temperatura finale. Il motivo è di natura cinetica infatti più la reazione di combustione progredisce, più i reagenti diminuiscono, più la reazione rallenta. Quindi la temperatura aumenta più lentamente come è evidente dal grafico. Proprio per questo nel calcolo della T_{media} col metodo di Dickinson la temperatura finale ha un peso maggiore

N.B Entrambe le osservazioni possono essere richieste all'esame orale.

ATT I termogrammi tecnicamente andrebbero fatti entrambi a mano su carta millimetrata ma al fine dei calcoli si possono ricavare le temperature finali e le variazioni di temperatura in modo più accurata usando excel per interpolare meglio i punti.