

3. Termochemická měření

3.a. Stanovení neutralizačního a zřed'ovacího tepla



Při neutralizaci vodných roztoků silných kyselin roztoky silných zásad jsou ionty zcela disociovány a dochází k reakci:



Měřitelné neutralizační teplo ΔH_{neutr} je rovno součtu tepla reakčního a zřed'ovacího: $\Delta H_r + \Delta H_{zře}$. Pro standardní podmínky ($25^\circ C$, 1 Atm) je tabelovaná hodnota $\Delta H_r^0 = -57321 \text{ J/mol}$.

Při neutralizaci slabých kyselin, resp. slabých zásad se spotřebuje určité množství energie na disociaci vedoucí k uvolnění iontů $[H^+]$ a $[OH^-]$ pro reakci (3.1.). Proto je výsledný pozorovaný neutralizační tepelný efekt (změna entalpie) ΔH tj. neutralizační teplo ovlivněno teplem disociačním slabé kyseliny či zásady ΔH_{dis} .

$$\Delta H = \Delta H_{neutr} = \Delta H_r + \Delta H_{zře} + \Delta H_{dis} \quad (3.2.)$$

Celkové množství uvolněného tepla Q v kalorimetru zjistíme ze vzestupu teploty v kalorimetru podle vztahu:

$$Q = -\Delta H = -C \cdot \Delta T \quad (3.3.)$$

kde ΔT je vzestup teploty při neutralizaci, C je tzv. tepelná kapacita kalorimetru (udává množství tepla potřebného k zahřátí kalorimetrické soustavy o $1^\circ C$).

Kapacitu kalorimetru stanovíme tak, že změříme vzestup teploty $\Delta T'$ v kalorimetru po dodání tepla Q_E vzniklého průchodem proudu I topným el. odporem ponořeným v náplni kalorimetru.

$$C = \frac{Q_E}{\Delta T'} = \frac{E \cdot I \cdot t}{\Delta T'} \quad (3.4.)$$

E je napětí na svorkách odporového topení a t je doba průchodu proudu I .



ÚKOL: Stanovte neutralizační a zřed'ovací teplo silné (HCl) a slabé kyseliny (kys. octové) při reakci se silnou zásadou (NaOH). Určete reakční teplo při neutralizaci silné kyseliny silnou zásadou. Odhadněte disociační teplo slabé kyseliny.



POTŘEBY A CHEMIKÁLIE : Dewarova nádoba, teplotní čidlo s měřičem teploty a obslužným PC, rotační el. míchadlo, odporové topné tělíčko ve skleněném pouzdře, vyfukovací pipeta, ampérmetr do 2 A , voltmetr do 12 V , reostat, spínač. Pipeta (10 cm^3), byreta (50 cm^3), titrační baňka (500 cm^3), 2 M HCl , $2 \text{ M CH}_3\text{COOH}$, fenolftalein a faktorizovaný $0,1 \text{ M NaOH}$.



POSTUP: Sestavu k měření připravujeme dle **OBR. 5**. Jako nádoba kalorimetru je použita Dewarova nádoba o obsahu asi 500 cm^3 , kterou budeme při práci plnit roztokem nebo

vodou dle toho, jaký tepelný efekt budeme sledovat. Do nádoby budeme též umísťovat vyfukovací pipetu s kyselinou.

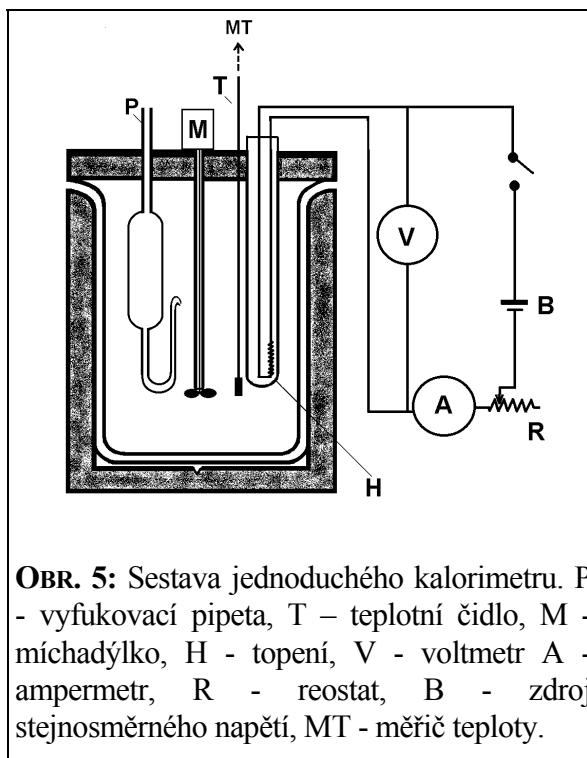


SESTAVENÍ APARATURY: Dewardovu nádobu naplníme reakčním roztokem nebo vodou (začínáme $0,1M$ roztokem $NaOH$ v množství nutném k neutralizaci HCl dle níže uvedeného neutralizačního stanovení).

Mimo nádobu zasuneme do zátky z pěnového polyuretanu vyfukovací pipetu s reakčním roztokem (začínáme s $2M HCl$). Zátka s pipetou opatrně vložíme do naplněné Dewardovy nádoby, přičemž správné umístění kontrolujeme neobsazenými otvory v zátku. Do zbývajících otvorů vložíme postupně další součásti sestavy v následujícím pořadí: teplotní čidlo, topné tělísko ve skleněném obalu a nakonec umístíme do středu zátky el. míchadýlko.

Míchadýlko spojíme s jeho el. zdrojem a krátkým sepnutím ověříme jeho funkci. Topné tělísko zapojíme do obvodu dle **OBR. 5.** se zdrojem stejnosměrného napětí $12 V$ a ověříme si jeho funkčnost a vhodné nastavení reostatu tak, že na co nejkratší nezbytně nutnou dobu zapneme spínačem okruh topného tělíska a vyregulujeme intenzitu procházejícího proudu přesně na $0,5 A$.

Seznámíme se s převodem dat teplotního čidla přes měřič teploty do připojeného PC. Zkontrolujeme propojení teplotního čidla s měřičem teploty a obslužným PC. Zapneme PC a měřič teploty.



OBR. 5: Sestava jednoduchého kalorimetru. P - vyfukovací pipeta, T - teplotní čidlo, M - míchadýlko, H - topení, V - voltmetr, A - ampermetr, R - reostat, B - zdroj stejnosměrného napětí, MT - měřič teploty.

1. Stanovení množství hydroxidu nutného k neutralizaci. Poněvadž ve vyfukovací pipetě, kterou používáme při stanovení neutralizačního tepla, zůstane vždy po vyfouknutí určité množství roztoku, naplníme ji několika cm^3 kyseliny a vyfoukneme ji do výlevky. Potom do vyfukovací pipety (není kalibrovaná) napipetujeme $10 cm^3$ $2M$ kyseliny, vyfoukneme ji do titrační baňky a ztitrujeme $0,1M NaOH$ na fenolftalein. Spotřeba hydroxidu je okolo $200 cm^3$, přesný objem určíme z nejméně dvou titrací.

2. Stanovení neutralizačního tepla a konstanty kalorimetru. Zjištěným ekvivalentním množstvím $0,1M NaOH$ dle neutralizace na fenolftalein naplníme Dewardovu nádobu kalorimetru. Do vyfukovací pipety dáme $10 cm^3$ $2M$ kyseliny. Kalorimetr sestavíme dle výše uvedeného návodu k sestavení aparatury. Zapneme míchadýlko. Spustíme program odečtu okamžité teploty se záznamem měřených dat na disk obslužného PC. Necháme kalorimetrickou sestavu teplotně relaxovat po dobu $5-7 min$. Vyfoukneme obsah pipety do náplně kalorimetru. Po $4 min$. teplotní relaxace zapneme topení a přesně na $1 sec$ si zaznameneáme z displeje PC čas zapnutí. Po vzestupu teploty o cca $0,7^\circ C$ zahřívání vypneme a opět zapíšeme přesný čas z PC. Sestavu ponecháme dále relaxovat ještě $10 minut$ a pak

měření ukončíme. Získáme tak záznam závislosti podobný jako na **OBR. 6**. Po ukončení měření vyprázdníme a vypláchneme kalorimetr.

3. Stanovení zřed'ovacího tepla $\Delta H_{\text{zřed}}$ včetně konstanty kalorimetru. Do kalorimetru odměříme tolik cm^3 vody, kolik jsme použili v předešlém stanovení $0,1\text{M NaOH}$. Do vyfukovací pipety dáme opět $10\text{ cm}^3 2\text{M HCl}$. Po sestavení kalorimetru postupujeme stejně jako v předcházejícím bodě 2.

4. Stanovení neutralizačního a rozpouštěcího tepla slabé kyseliny. Postupujeme zcela stejným způsobem, jako při práci se silnou kyselinou, včetně stanovení tepelné kapacity kalorimetru.

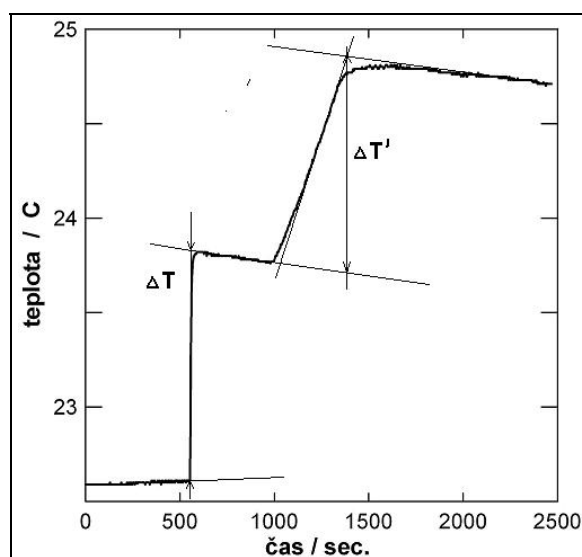


ZPŮSOB VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ:

Vybrané lineární části vytištěného záznamu $T = f(t)$ proložíme na papíře pomocnými přímkami dle **OBR. 6** a provedeme co nejpřesněji odečet ΔT a $\Delta T'$ pro jednotlivé experimenty. Je-li k dispozici vhodný SW provedeme konstrukci a vyhodnocení v PC.



PROTOKOL: pro silnou i slabou kyselinu: **Grafy 1-4:** závislosti změn teploty na čase pro měření neutralizačních a zřed'ovacích tepel. **Dále:** ekvivalentní objemy NaOH , látková množství neutralizovaných kyselin, tepelné kapacity kalorimetru z jednotlivých měření, tepelné efekty při neutralizaci a při zřed'ování, molární neutralizační a zřed'ovací tepla kyselin.



OBR. 6: Závislost teploty na čase při neutralizaci silné kyseliny silným hydroxidem včetně dalšího průběhu při stanovení tepelné kapacity kalorimetru.