

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE FISICOQUIMICA

MANUAL DE PRÁCTICAS DE
LABORATORIO DE TERMODINÁMICA

CLAVE: 1212

**Elaborado y revisado por profesores del
Departamento de Fisicoquímica.**

Elaborado por:	Dr. José Luis López Cervantes
Revisado por:	Dr. Emilio Bucio Carrillo Dra. Aline Villarreal Medina Dr. Gerardo Omar Hernández Segura M. en D. Ricardo Manuel Antonio Estrada Ramírez
Agradecemos a la DGAPA por los recursos otorgados mediante el proyecto PAPIME PE 102122 para el desarrollo de este protocolo.	

PRÁCTICA 11: CALOR DE COMBUSTIÓN

➤ OBJETIVO ACADÉMICO

Introducir el tema de energía y ver las interrelaciones de sus diversas formas de manifestación.

➤ PROBLEMA

Determinar el calor de combustión de un sólido a partir de la información obtenida al usar la bomba calorimétrica.

➤ OBJETIVO EXPERIMENTALES

Determinar el calor de combustión de una sustancia orgánica sólido

CUESTIONARIO PREVIO

- 1.- ¿Qué estudia la termoquímica?
- 2.- Definir calor de combustión, combustible y comburente.
- 3.- ¿Qué es una reacción exotérmica y una endotérmica?
- 4.- Indicar cuándo es conveniente trabajar con la bomba calorimétrica.
- 5.- Si se trabaja con la bomba calorimétrica, ¿cuál es la función termodinámica que nos indica la energía asociada a la reacción que se lleva a cabo y que propiedad se mantiene constante?

REACTIVOS

- Ácido benzoico
- Alimento chatarra (pandita, chocolate, etc)
- Agua destilada
- Oxígeno

EQUIPOS POR GRUPO

- Un cilindro de oxígeno
- Una prensa pastilladora
- Indicador universal de pH
- Balanza digital

MATERIAL POR EQUIPO

Una bomba calorimétrica a volumen constante (Bomba Parr) con accesorios	Una broca de 1.5 mm
Una unidad de ignición	Dos vidrios de reloj
Una probeta de 1000 mL	Una espátula
Una pipeta volumétrica de 1 mL	10 cm de alambre de ignición Ni-Cr
Un vaso de precipitados de 250 mL	Un cronómetro

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Manejo del equipo:

El calorímetro consiste en un recipiente adiabático que contiene una cubeta metálica con una cantidad conocida de agua (2000 g), en cuyo interior se introduce la cámara de reacción, que se conoce como bomba calorimétrica. Dentro de esta, se coloca una masa determinada de la sustancia que se va a quemar (aproximadamente 1g), se introduce oxígeno a una presión de 23 a 25 atm, y por medio de unos electrodos y un alambre de ignición (10 cm de longitud) se enciende la mezcla y el calor producido por la reacción eleva la temperatura del agua, la cual se mantiene en agitación a fin de uniformar la temperatura en todos sus puntos. Partiendo de esta elevación de temperatura y conociendo la cantidad de calor requerido para elevar en un grado la temperatura del calorímetro con su contenido, se puede calcular el calor de combustión por mol de sustancia quemada.

Se procura que la variación de la temperatura sea pequeña, utilizando para ello una gran masa de agua. De esta manera, la temperatura final de los productos de reacción queda próxima a la temperatura inicial de los reactivos.

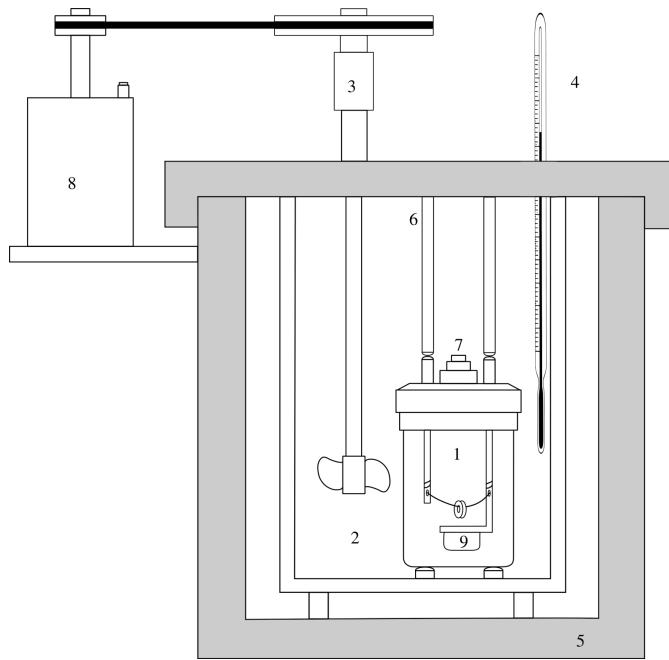


Figura 1. Descripción de las partes de la bomba calorimétrica. 1.Bomba calorímetro, 2 baño de agua, 3 agitador, 4 termómetro, 5 recipiente adiabático, 6 electrodos, 7.- válvula de descarga, 8.- motor de agitación, 9.- cápsula recolectora.



Figura 2.- Descripción del Calorímetro de Bomba de Oxígeno. 1.- Tapa con agitador del recipiente adiabático, 2.- Soporte de la tapa del recipiente adiabático, 3.- Soporte de la tapa de la celda de combustión, 4.- Tapa de la celda de combustión, 5.- Celda de combustión, 6.- Tapa roscada, 7.- Recipiente adiabático, 8.- Termómetro con resolución de 0.1°C, 9.- Probeta de un litro, 10.- Pinzas para transportar la celda de combustión, 11.- Unidad de ignición y 12.- Recipiente con paredes diatérmicas.

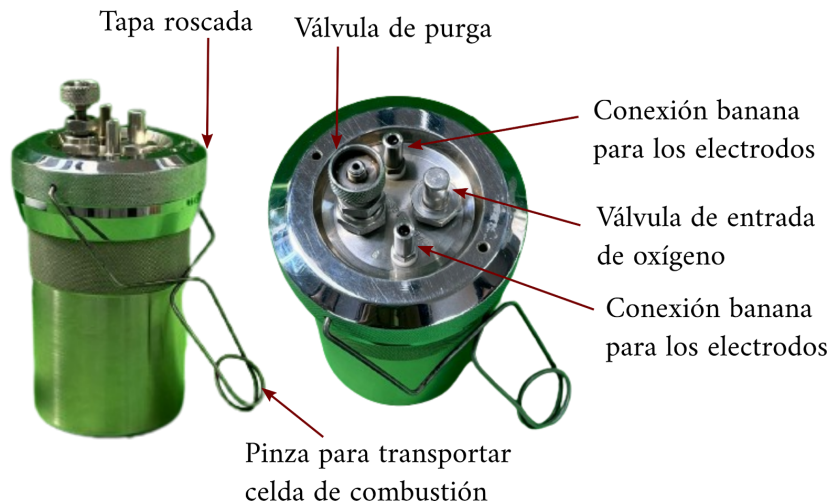


Figura 3.- Descripción de la celda de combustión.

Parte 1: Determinación de la constante del calorímetro

1. Pesar 1 g aproximadamente de ácido benzoico.
2. Con la prensa pastilladora hacer una pastilla de ácido benzoico (la técnica para hacer la pastilla será indicada por el profesor).
3. Atravesar la pastilla por el centro con una broca de 1.5 mm.
4. Cortar 10 cm del alambre de ignición.
5. Pesar la pastilla y el alambre por separado.
6. Pasar el alambre por el orificio de la pastilla y amarrar las puntas a los electrodos de la bomba, cuidando que no haya falso contacto.

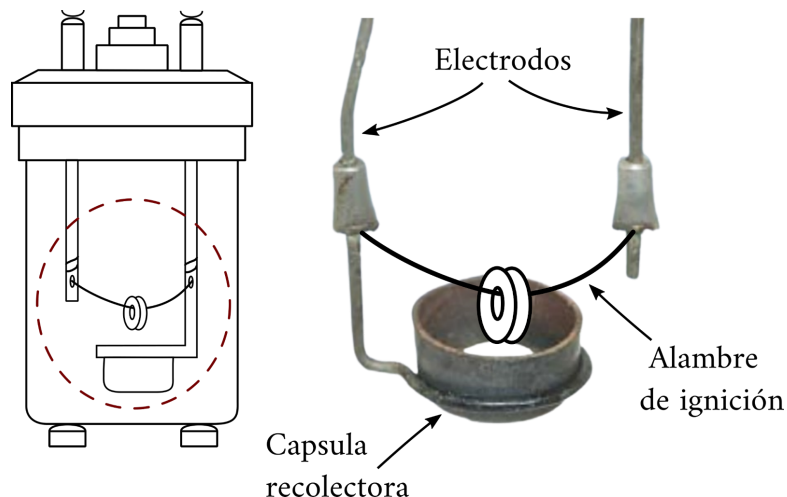


Figura 2. Montaje la pastilla de ácido benzoico con el alambre de ignición y los electrodos.

7. Poner en el fondo de la bomba 1 mL de agua destilada medida con una pipeta volumétrica.
8. Colocar la tapa de la bomba, apretando la tuerca anular con la mano. No usar herramientas.
9. Antes de colocar la tapa roscada debe verificar que el empaque de neopreno o O-ring quede en la parte interior como se muestra en la imagen. Una vez que se hace presión con las manos no debe verse el empaque.



Figura 3.- Antes de colocar la tapa roscada debe verificar que el empaque de neopreno o O-ring quede en la parte interior como se muestra en la imagen. Una vez que se hace presión con las manos no debe verse el empaque.

10. Introducir el oxígeno a la bomba.

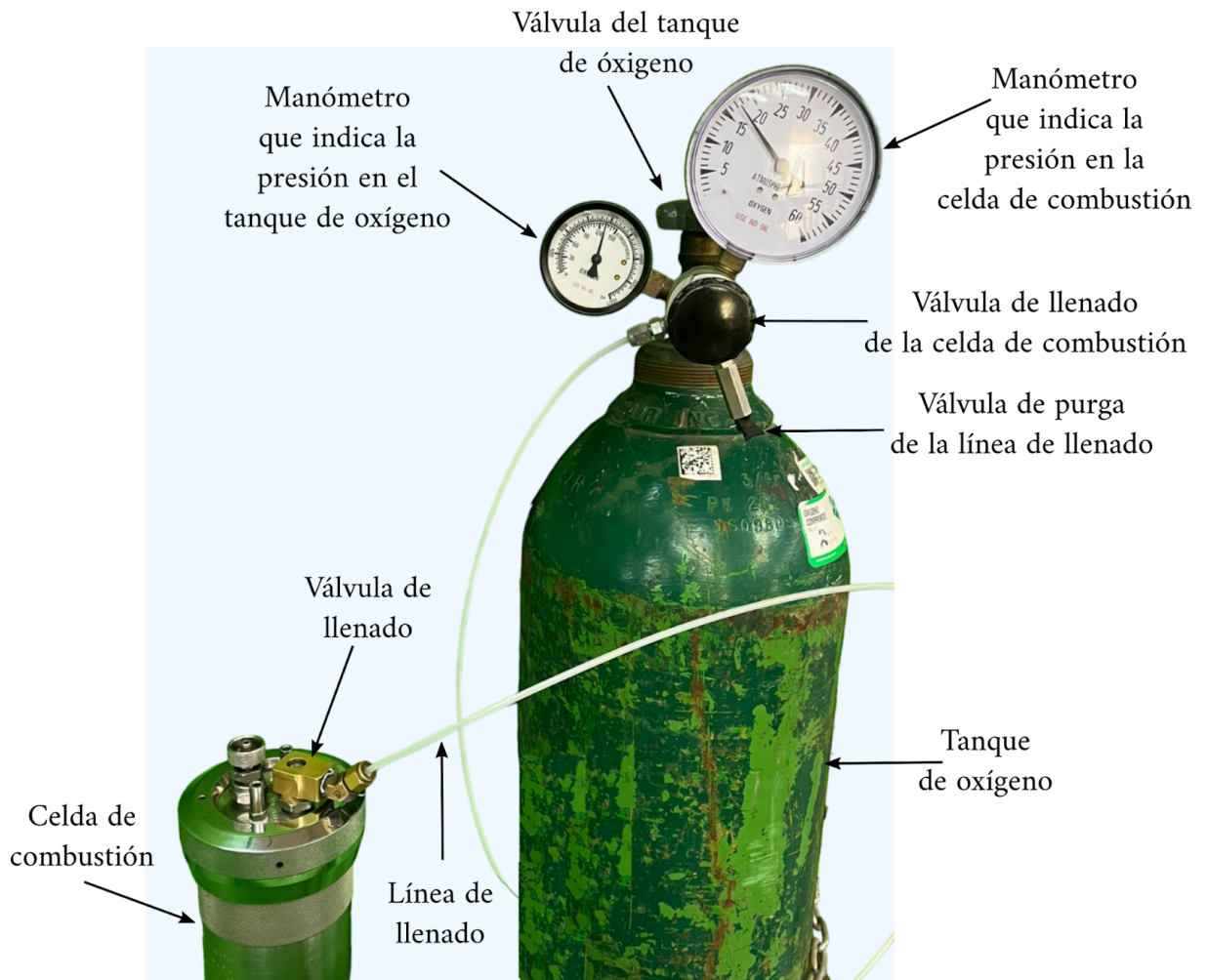


Figura 4.- Carga de oxígeno a la celda de combustión

- Conectar el juego de manómetros al cilindro de oxígeno.
- Conectar la terminal moleteada a la bomba (apretar con la mano), con la válvula de descarga (4) y de control cerradas (2)
- Abrir la válvula maestra (1) totalmente o lo suficiente hasta que la presión del tanque se lea en el manómetro M.C. (Ej.: 125 kg/cm² tanque recién cargado)
- d)** Abrir con cuidado la válvula de control (2) hasta alcanzar una presión entre 20 ó 25 atm. **No llegar a presiones superiores de 30 atm, pues puede explotar.**
- Cerrar la válvula de control (2) una vez alcanzada la presión deseada.
- Cerrar la válvula maestra (1).

g) Quitar la conexión moleteada de la bomba.

11. Preparación del baño de agua:

a) En la cubeta metálica poner 2 litros exactos de agua destilada a 25.5°C aproximadamente (para tener un baño de 25°C).

b) Introducir la cubeta en el recipiente adiabático cuidando que quede en el lugar correcto.

c) Poner dentro de la cubeta la bomba, utilizando las pinzas especiales para ello, observar que quede en el lugar adecuado.

d) Colocar en la bomba los cables que suministran corriente eléctrica a los electrodos (la intensidad de corriente que pasa por el alambre de ignición es de aproximadamente 4 amp., con un voltaje de 18 V, suficiente para encender la pastilla).

e) ***Si se observan burbujas en la tapa de la bomba (intensas), sacarla de la cubeta, secarla y liberar el oxígeno usando la válvula de descarga. Posteriormente, repetir la operación de llenado con oxígeno.*** Alguna que otra burbuja - una cada 5 o 10 segundos - carece de importancia.

f) Colocar la tapa con el agitador y poner el termómetro de precisión (graduado en 0.01 ó 0.02°C) en el orificio de la tapa, observando que puedan leerse los 25°C. En ese momento colocar el lente de aumento el termómetro para mejorar las lecturas. En el caso de que la bomba tenga un termómetro digital marca Parr, utilizarlo en vez del termómetro de precisión.

g) Accionar el motor del agitador.

12. Conectar los electrodos de la bomba a la fuente de poder y la fuente al suministro de corriente de 125 Volts.

13. Empezar a leer la temperatura del baño de agua cada 30 segundos durante 5 minutos.

14. Oprimir el botón de encendido de la unidad de ignición. El operador debe permanecer alejado del calorímetro durante 15 segundos después del encendido por seguridad.

15. A partir de este momento tomar la temperatura cada 15 segundos hasta obtener un valor máximo.

16. Seguir leyendo la temperatura del baño durante 10 minutos más en intervalos de 30 segundos.

17. Desconectar el agitador y la fuente de corriente.

18. Retirar con mucho cuidado el termómetro, el lente de aumento y guardarlos.

19. Quitar la tapa del calorímetro.
20. Con las pinzas sacar la bomba de la cubeta, retirando antes los cables de los electrodos.
21. Secar por fuera la bomba.
22. Sacar lentamente los gases de la bomba, usando la válvula de purga.
23. Destapar la bomba manualmente (no usar herramientas).
24. Pesar los restos del alambre de ignición.
25. Si se encuentra que el interior de la bomba está cubierto de hollín, posiblemente la cantidad de oxígeno disponible en el momento de la combustión fue insuficiente para provocar una combustión completa y el ensayo debe ser descartado.
26. Si lo anterior no sucedió, lavar la bomba con agua destilada y guardar toda el agua del lavado, para determinar el ácido nítrico formado, utilizando una solución de carbonato de sodio 0.0725 N y anaranjado de metilo como indicador.

Parte 2. Determinación del calor de combustión de la sustancia problema

La técnica es la misma que la empleada para la calibración con ácido benzoico, con la que se calcula la capacidad térmica del calorímetro o para la sustancia (naftaleno) u otra sustancia sólida a la que se le calcula el calor de combustión, lo único que varía es el tratamiento de los datos.

Opcional si así lo solicita tu profesor: Se puede utilizar un alimento como gomas de grenetina o chocolate en barra, semillas secas, barras energéticas compactas, quesos madurados, botanas o polvos compactables como harinas en polvo.

Solo en el caso de polvos se podrá hacer una pastilla, en los otros casos cortar una porción del alimento de aproximadamente 1 g. Efectuar una perforación al centro con ayuda de una broca de 1.5 mm. para introducir el alambre de ignición.

Para conocer el valor teórico de estos alimentos consultar la tabla nutrimental que frecuentemente aparece en el empaque o consultar las tablas de valor nutritivo de los alimentos publicadas por el Instituto Nacional de Nutrición.

MEDIDAS DE SEGURIDAD Y RIESGOS POTENCIALES

- Siempre utilizar lentes de seguridad.
- Si se detecta una fuga al llenar la bomba con oxígeno, ya sea oyendo o sintiendo el flujo de O₂, o que el manómetro después de unos diez segundos no marca una presión constante y este valor sigue disminuyendo, detener el llenado de la bomba, abrir la válvula de purga del tanque y también la válvula de purga de la bomba.
- En ninguna circunstancia intentar llenar la bomba nuevamente si se detecta fuga antes de purgar ambos sistemas.
- Si se siguen detectando fugas durante el llenado, no realizar el experimento.
- Existe riesgo de choque eléctrico o de corto circuito por las terminales expuestas.
- Revisar cuidadosamente todas las conexiones antes de conectar la unidad de ignición a la corriente.
- No presurizar la bomba más allá de 25 atmósferas, pues puede explotar.
- Los cilindros de gas deben estar sujetos a la pared.
- Verificar los empaques de las juntas para evitar riesgos al cerrar el instrumento.
- No debe usarse aceite en la conexión para llenado de oxígeno ya que puede explotar el aparato de ignición.
- Su profesor o profesora debe revisar que la celda esté correctamente cerrada antes de colocar la tapa roscada, como se indica en la Figura 3.
- Transportar la celda con ambas manos. Con una mano debe sostener el fondo de la celda para evitar que se resbale.

CUESTIONARIO FINAL

1. Llenar los siguientes datos:

Ecuación que representa la reacción de combustión del ácido benzoico:

Masa molar del ácido benzoico ($C_7H_6O_2$) = _____ g/mol

$\Delta U_{\text{alambre}}$ = _____ cal/g

c_{agua} = _____ cal/g °C

ΔH° para la combustión del ácido benzoico = _____ kcal/mol

ΔH° para la combustión del ácido benzoico = _____ kcal/g

Calor de combustión de la sustancia problema reportado: _____ kcal/g

Datos experimentales calibración

Masa del agua (ma, g)	
Masa del ácido benzoico (mac, g)	
Masa inicial del alambre (g)	
Masa final del alambre (g)	

Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo (min, s)	Temperatura (°C)
0.5		5.30	Ignición
1		5.45	
1.5		6.00	
2		6.15	
2.5		6.30	
3		6.45	
3.5		7.00	
4		7.15	
4.5		7.30	
5		7.45 ...	

Datos experimentales combustión muestra

Masa del agua (ma, g)	
Masa del ácido benzoico (mac, g)	
Masa inicial del alambre (g)	

Masa final del alambre (g)	
----------------------------	--

Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Tiempo (min, s)	Temperatura (°C)
0.5		5.30	Ignición
1		5.45	
1.5		6.00	
2		6.15	
2.5		6.30	
3		6.45	
3.5		7.00	
4		7.15	
4.5		7.30	
5		7.45 ...	

Manejo de datos y lo cálculos.

A.- Determinar la capacidad térmica de la bomba calorimétrica:

1. Con los datos obtenidos del experimento, trazar una gráfica de temperatura vs tiempo y obtener la variación de temperatura para obtener K.
2. Establecer un balance energético de acuerdo con la primera ley de la termodinámica, para determinar la constante del calorímetro.
3. Encontrar el valor de ΔH_{gases} a partir de la reacción de combustión del ácido benzoico.
4. Obtener el valor de ΔU_m^0 para la combustión del ácido benzoico.
- 5.- Obtener el valor de la constante del calorímetro (K)

B.- Determinar el calor de combustión de la muestra problema:

1. Con los datos obtenidos del experimento, trazar una gráfica de temperatura vs tiempo y obtener la variación de temperatura para obtener el calor de combustión de la muestra problema.
2. Establecer un balance energético de acuerdo con la primera ley de la termodinámica, para determinar el calor de combustión de la muestra problema.
3. Obtener el calor de combustión de la muestra problema. C.- Análisis de resultados.

1. ¿Por qué la variación de temperatura durante el experimento se debe obtener de la gráfica temperatura vs tiempo?

2. ¿Cómo afectaría al resultado el no tomar en cuenta el calor absorbido por el calorímetro?
3. ¿Cómo se aplica el principio de la conservación de la energía en esta práctica? D.- Respuesta al problema propuesto:
Calor de combustión de la muestra problema = _____

Cuestionario complementario:

1. ¿Cuál fue el combustible utilizado para determinar la energía asociada a la reacción de combustión?
2. ¿Cuál fue el combustible usado para determinar la constante del calorímetro?
3. Resolver los siguientes problemas: Una muestra de urea cristalizada [CO(NH₂)₂] se quema en una bomba calorimétrica y libera 151.9 kcal. Si los productos de la reacción de combustión son CO₂ (g), H₂O (l) y N₂ (g) contestar las siguientes preguntas:
 - a) ¿Qué tipo de calorímetro es la bomba calorimétrica?
 - b) ¿Por qué se usa este tipo de calorímetro para obtener el calor de combustión?
 - c) La energía asociada a la reacción de combustión se determina mediante la variación de _____.
 - d) ¿Cuáles son los valores de Q_P y Q_V en calorías?
 - e) Escribir la reacción de combustión de la urea.
 - f) Si la combustión de la urea libera energía, la reacción es_.
 - g) El propano, C₃H₈ (g) es un combustible gaseoso común; la combustión de un mol del combustible libera a presión constante 2044 kJ. escribir la reacción de combustión dar el valor de Q_p y de Q_v en kcal indicar si la reacción es exotérmica o endotérmica.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Adamson, A.W. (1979) Química Física 1er tomo. Editorial Reverté, S.A.
- Barrow, G.M. (1978) Química Física. Editorial Reverté, S.A.
- Glasstone, S. (1953) Tratado de Química Física. Aguilar, S.A. de ediciones Madrid.
- Gorbachev, S.V. (1977) Prácticas de Química Física. Editorial Mir.
- Hougen; Watson y Ragatz. (1992) Principios de los Procesos Químicos. Tomo 1. Editorial Reverté, S.A.
- Moore, J.W. (1986) Fisicoquímica Básica. Prentice-Hall Hispanoamericana, S.A.
- Pimentel, G.C. (1994) Química. Una Ciencia Experimental. Editorial Reverté, S.A.
- Pons-Muzzo, G. (1973) Fisicoquímica. Editorial Universo.
- Shoemaker, D.P. (1974) Experimentos de Fisicoquímica. Editorial Uteha.

Apéndice I: Preparación de reactivos

No hay preparación de reactivos para la práctica

Apéndice II: Disposición de residuos

No hay residuos para la práctica.

Se recomienda el uso de un depósito con el propósito de coleccionar el agua usada durante el trabajo experimental y reutilizarla.

Apéndice III: ACTIVIDADES SUGERIDAS PARA COMPLEMENTAR EL TEMA

Reflexionar y responder.

1. ¿Por qué es necesario usar un exceso de oxígeno?
2. ¿Por qué es pequeña la variación de temperatura durante la reacción de combustión?
3. ¿Por qué se forma ácido nítrico durante la combustión?
4. ¿Cuál fue el comburente utilizado?
5. Decir si la reacción de combustión es exotérmica o endotérmica.

Aplicación de lenguaje termodinámico.

1. Clasificar las paredes de la bomba calorimétrica.
2. Dar el nombre de una propiedad intensiva determinada experimentalmente.
3. Dar el nombre de una propiedad extensiva determinada experimentalmente.

Aplicaciones del tema.

1. Los calores de combustión se emplean para calcular calores de formación de compuestos orgánicos. Dar un ejemplo numérico.
2. Los calores de combustión permiten estudiar las diferencias de energía de formas alotrópicas de los elementos. Dar un ejemplo numérico.

ANEXOS

- a) Reglamento de Higiene y Seguridad para los Laboratorios de la Facultad de Química.

b) Reglamento para los Estudiantes y Profesores de los Cursos Experimentales del Departamento de Fisicoquímica.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la DGAPA por los recursos otorgados mediante el proyecto PAPIME PE 102122 “Actualización de la enseñanza experimental en Termodinámica 1212”, para el desarrollo de este protocolo.