



TALLINNA TEHNKAÜLIKOOL
INSENERITEADUSKOND
Virumaa kolledž

**Metoodikate väljatöötamine seadmel Phywe Cobra 3
neutraliseerimise, aurustamise ja sulamise entalpia
määramiseks kalorimeetrilise meetodi abil**

**Development of methodologies for the determination of the
enthalpy of neutralisation, of vaporization and melting enthalpy
by the calorimetric method by using Phywe Cobra 3 equipment**

KEEMIATEHNOLOGIA ÕPPEKAVA LÕPUTÖÖ

Üliõpilane: Olga Kornõljeva

Üliõpilaskood: 182591EDKR

Juhendaja: Moonika Ferschel,
keemiainsener

AUTORIDEKLARATSIOON

Olen koostanud lõputöö iseseisvalt.

Lõputöö alusel ei ole varem kutse- või teaduskraadi või inseneridiplomit taotletud. Kõik töö koostamisel kasutatud teiste autorite tööd, olulised seisukohad, kirjandusallikatest ja mujalt pärinevad andmed on viidatud.

"01" juuni 2022.

Autor: Olga Kornõljeva

/ allkiri /

Töö vastab rakenduskõrgharidusõppe lõputööle/magistritööle esitatud nõuetele "01 " juuni 2022.

Juhendaja: Moonika Ferschel

/ allkiri /

Kaitsmisele lubatud

"08 " juuni 2022.

Kaitsmiskomisjoni esimees: Antonina Zguro

/ nimi ja allkiri /

LIHTLITSENTS LÕPUTÖÖ ÜLDSUSELE KÄTTESAADAVAKS TEGEMISEKS JA REPRODUTSEERIMISEKS

Mina Olga Kornõljeva (sünnikuupäev: 27.04.1979)

1. Annan Tallinna Tehnikaülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose

Metoodikate väljatöötamine seadmel Phywe Cobra 3 neutraliseerimise, aurustamise ja sulamise entalpia määramiseks kalorimeetrilise meetodi abil, mille juhendaja on Moonika Ferschel,

- 1.1. reproduutseerimiseks säilitamise ja elektroonilise avaldamise eesmärgil, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogusse lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;
 - 1.2. üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tallinna Tehnikaülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogu kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.
2. Olen teadlik, et punktis 1 nimetatud õigused jäädvad alles ka autorile.
 3. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta kolmandate isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest ja teistest õigusaktidest tulenevaid õigusi.

TalTech Inseneriteaduskond Virumaa kolledž

LÖPUTÖÖ ÜLESANNE

Üliõpilane: Olga Kornõljeva, 182591EDKR

Õpperekava, peaeriala: EDKR16/17 Keemiatehnoloogia

Juhendaja(d): Keemiainsener, Moonika Ferschel, moonika.ferschel@taltech.ee

Lõputöö teema:

(eesti keeles) *Metoodikate väljatöötamine seadmel Phywe Cobra 3 neutraliseerimise, aurustamise ja sulamise entalpia määramiseks kalorimeetrilise meetodi abil*

(inglise keeles) Development of methodologies for the determination of the enthalpy of neutralisation, of vaporization and melting enthalpy by the calorimetric method by using Phywe Cobra 3 equipment

Lõputöö põhieesmärgid:

1. Võimalike metoodikate leidmine, organisatsiooni teooriaga tutvumine ja teoreetilise ülevaate koostamine
2. Uute metoodikate väljatöötamine ja koostamine vastavalt nõuetele
3. Väljatöötatud metoodikate alusel laboratoorsete tööde juhendite koostamine ja analüüsimine
4. Lõputöö koostamine ja vormistamine

Lõputöö etapid ja ajakava:

Nr	Ülesande kirjeldus	Tähtaeg
1.	Teoreetilise ülevaate koostamine ja metoodikatega tutvumine	15.03.2022
2.	Uute metoodikate väljatöötamine ja tulemuste analüüsimine	30.03.2022
3.	Katseandmete põhjal metoodika koostamine	18.04.2022
4.	Laboratoorsete tööde koostamine uute metoodikate järgi	30.04.2022
5.	Lõputöö koostamine ja kirjutamine	10.05.2022

6.	Lõputöö lõplik viimistlemine ja esitamine	29.05.2022
----	-------------------------------------------	------------

Töö keel: eesti keel **Lõputöö esitamise tähtaeg:** "6" juuni 2022a

Üliõpilane: Olga Kornõljeva "6" juuni 2022a

/allkiri/

Juhendaja: Moonika Ferschel "6" juuni 2022a

/allkiri/

Programmijuht: Antonina Zguro "6" juuni 2022a

/allkiri/

SISUKORD

EESÕNA	8
SISSEJUHATUS	9
1. METOODILISTE JUHENDITE JA PRAKTIKUMIDE VÄLJATÖÖTAMISE TEOREETILISED ALUSED	10
1.1 Metoodilise juhendi mõiste ja selle koostamise struktuur	10
1.2 Laboratoorne praktikum: mõiste ja selle vajalikkus	11
1.3 Laboratoorse praktikumi ülesanded ja planeerimise eripärasused	12
2. KALORIMEETRILINE MEETOD ENTALPIA MÄÄRAMISEKS	14
2.1 Moodustumise entalpia (neutraliseerimine)	17
2.2 Faasisiirde entalpia	17
2.3 Soojusmahtuvus	19
3. PRAKТИLINE OSA	22
3.1 Kalorimeetri seadistuse ja mõõtmisprotsessi kirjeldus	22
3.2 Kalorimeetritlike katsete läbiviimine	24
«Phywe Cobra 3» seadme abil	24
3.3 Katsete läbiviimine ja metoodika väljatöötamine neutraliseerimise entalpia määramiseks	27
3.3.1 Neutraliseerimise entalpia määramise töökäik	29
3.3.2 Neutraliseerimise entalpia andmete töötlemine	32
3.4 Katsete läbiviimine ja metoodika väljatöötamine puhta aine sulamisentalpia määramiseks	35
3.4.1 Sulamisentalpia määramise töökäik	37
3.4.2 Sulamisentalpia andmete töötlemine	41
3.5 Katsete läbiviimine ja meetodika väljatöötamine aurustumisentalpia määramiseks	46
3.5.1 Aurustumisentalpia määramise töökäik	48
3.5.2 Aurustumisentalpia andmete töötlemine	51
KOKKUVÕTE	55
SUMMARY	56

KASUTATUD KIRJANDUS	58
LISAD	60

EESSÕNA

Lõputöö on tehtud Tallinna Tehnikaülikooli Virumaa kolledži tellimusel. Lõputöö teema valikuga aitasid Virumaa kolledži keemiatehnoloogia programmijuht ja Virumaa kolledži rakenduskeemia keemiainsener.

Lõputöö eesmärgiks on uute metoodikate väljatöötamine (neutraliseerimise, aurustamise ja sulamise entalpia määramine kalorimeetrisel meetodi abil) kasutades Phywe Cobra 3 seadet koos tarkvaraga. Iga metoodika väljatöötamise jaoks viidi läbi vastavad katsed. Katsetest saadud tulemused analüüsiti ja tulemuste põhjal tehti vajalikud arvutused ja graafikud.

Autor on väga tänulik lõputöö juhendajale Moonika Ferschelile konsulteerimise ja juhendamise eest.

Võtmesõnad: moodustumise entalpia, faasisiire entalpia, soojusmahtuvus, kalorimeetriseline meetod, Phyme Cobra 3 seade, diplomitöö.

SISSEJUHATUS

Käesoleva lõputöö teema on seotud füüsikalise keemia haruga, mida nimetatakse termokeemiaks. Tegemist on termodünaamika haruga, mis uurib keemiliste reaktsioonidega kaasnevaid termilisi nähtusi. Reaktsiooni soojusefekt on pöördumatu reaktsiooni käigus vabanenud või neeldunud soojuse hulk, kui reaktsioniproduktide ja lähteainete temperatuur on sama.

Konstantsel temperatuuril ja röhul reaktsiooni soojuse mõju nimetatakse reaktsioonisoojuseks Q_p . Väärtust, mis kirjeldab süsteemi oleku muutust ning on vastupidise märgiga, nimetatakse reaktsiooni entalpiaks ΔH . Moodustamise entalpiad on teada mitme tuhande aine jaoks, mis võimaldab arvutuslikult määrata erinevate protsesside energiamõju.

Käesoleva lõputöö teema aktuaalsus seisneb selles, et TalTech Virumaa kolledži keemialaboratoorium on saanud uue Phywe Cobra 3 seadme, mis tuleb õppetöös kasutusele võtta.

Käesoleva lõputöö eesmärk on töötada välja metoodikad puhta aine neutraliseerumise, sulamise ja vedeliku aurustumisentalpia määramiseks, kasutades seadet Phywe Cobra 3, TalTech Virumaa kolledži keemialaboratooriumi jaoks.

Metoodikate koostamiseks ja kirjutamiseks on tarvis uurida seadet, selles sisalduvate plokkide tööpõhimõtet, teostada katsed, saada tulemused ja vormistada arvutused, mille põhjal oleks võimalik töötada välja metoodikad entalpiate määramiseks.

Käesolev lõputöö koosned kolmest osast. Esimeses peatükis kirjeldatakse metodilise juhendi ja selle põhitüübi mõisteid ja struktuuri, mida kasutatakse käesolevas lõputöös. Kirjeldatakse ka laboratoorse praktikumi ja selle koostamise eripärasid.

Teine peatükk sisaldb kirjanduse ülevaadet ja analüüsi kalorimeetrilise meetodi ja süsteemi, moodustumisentalpia ja faasisiirde entalpia ning soojusmahtuvuse mõiste kohta.

Kolmandas peatükis kirjeldatakse kalorimeetrilist süsteemi ja Phywe Cobra 3 seadme entalpiate määramist kalorimeetrilise meetodi abil. Selles analüütilises osas kirjeldatakse entalpiate määramise töökäiku ning meetodite kohandamist olemasolevale Phywe Cobra 3 seadmele. Antud osas esitatakse ka andmete analüüs, mis saadakse katsete käigus. Nende põhjal tehakse arvutused ja saadud tulemuste kohta esitatakse tabelid.

Tulemuste alusel koostatakse laboratoored tööjuhid, mida hakatakse kasutama laboratoorsetes praktikumides.

1. METOODILISTE JUHENDITE JA PRAKTIKUMIDE VÄLJATÖÖTAMISE TEOREETILISED ALUSED

1.1 Metoodilise juhendi mõiste ja selle koostamise struktuur

Metoodilise süsteemi väljatöötamine on süsteemi komponentide ja selle sisemiste ja väliste seoste teoreetiline konstrueerimine ning selle hilisem rakendamine tegelikus õppeprotsessis. [1]

Metoodiline juhend on metoodilise toodangu tüüp, mis sisaldab erilisel viisil süstematiseritud materjali, mis omakorda teeb õppekursuse olemuse selgeks ja sisaldab õppekursuse eripärasid ja meetodeid. Tavaliselt sisaldab metoodiline juhend lisaks teoreetilisele materjalile ka ulatuslikku didaktelist materjali, mis on esitatud illustratsioonide, tabelite, diagrammide, jooniste ja dokumentide näidistest, mis on välja töötatud vastavalt esitatud teemale. [2]

Metoodilise juhendi eesmärk on praktilise abi osutamine õppejõududele ja üliõpilastele nii teoreetiliste kui praktiliste teadmiste äraõppimisel ja omandamisel. [3]

Metoodilise juhendi tütülpiline struktuur:

- 1) Sissejuhatus, milles esitatakse juhendi eesmärk ja ülesanded. Näidatakse ära, millisele konkreetsele õpilasrühmale juhend on mõeldud ning milliseid konkreetseid tulemusi võib juhendi kasutamine anda.
- 2) Teoreetiline osa, milles esitatakse lühidalt (vajaduse korral viitega asjakohastele allikatele) juhendi sisus olevaid teaduslikke ja pedagoogilisi põhiseadusi ning kirjeldatakse autori enda metoodilist positsiooni seoses üliõpilaste täiendõppega.
- 3) Praktiline osa, milles süstematiseritakse ja klassifitseeritakse tegelikku materjali ja lisatakse praktilisi soovitusi ning tuuakse näiteid erinevatest töövormidest ja meetoditest.
- 4) Didaktiline osa, mis sisaldab illustreerivad praktilisi materjale (skeeme, tableeid, jooniseid).

Metoodikajuhendi kootseis võib sisaldada erinevaid vajalikke normatiivdokumente, mille kasutamise võimaldab õppejõududel või üliõpilastel korraldada oma tööd vastavlt kehtivatele nõuetele. [4]

Metoodiliste juhendite väljatöötamisel teostatakse teoreetilise materjali võrdlus ja hindamine. Keerulise struktuuriga ja pikade lausetega töö raskendab materjali analüüs, mis omakorda nõuab rohkem aega sünevemiseks. Metoodilise juhendi autor on võimeline ajama liigsete lünedite ja ebaselgete viidetega lugeja segadusse. Seetõttu on koostatud ühised metoodiliste juhendite väljatöötamise nõuded: [5]

- struktuur peab olema lugejale maksimaalselt selge;
- töö teema peab vastama sisule;
- materjali järjestus peab olema struktureeritud. [5]

Laboratoorne praktikum on üks metodiliste juhendite tüüpidest, mis on antud lõputöö põhieesmärgiks. Antud tüüpi metodilise juhendi kasutamine võimaldab välja töötada ja uurida meetodeid, mida on võimalik edaspidi laboratoories praktikumis rakendada.

1.2 Laboratoorne praktikum: mõiste ja selle vajalikkus

Laboratoorne praktikum on tegevus, mille käigus üliõpilased õpivad konkreetseid meetodeid mingi distsipliini uurimiseks, õpivad eksperimentaalseid analüüsimeetodeid ja oskust töötada kaasaegsete seadmetega.

Labori praktikum hõlmab keeruliste õppeülesannete lahendamist ja nõuab, et üliõpilane rakendaks nii erinevatest kursustest saadud teoreetilisi teadmisi kui ka praktilisi oskusi. Seda tüüpi õpe sisaldab kursuse põhiteemalisi laboratoorseid töid koos tööjuhendiga, mis sisaldavad: töö eesmärki ja ülesandeid, laboratoorse töö algoritmi, terminite sõnastikku (kui töö teema seda nõuab), kirjanduse loetelu, mis on abiks töö sooritamisel. [6] Laboroorse praktikumi peamiseks eeliseks on võimalus omandada oskusi ja töövõtteid.

Praktiline töö on potentsiaalselt kõige olulisem ja mõjukam osa inseneriteaduste, üld- ja tehnikaalase eriala- ja erivälajõkke komponent, mille eesmärk on omandada oskused reaalsete seadmetega töötamiseks, mille analoogidega võib tulevane spetsialist kokku puutuda oma praktilises tegevuses. [7]

Laboratoored praktikumid toimuvad tavaliselt spetsiaalsetes laboratooriumides. Seda tüüpi koolituse tõhusus sõltub suuresti õppeasutuse võimalustest, tulevane tehniline spetsialist peab olema koolitatud inseneriekspirimendi seadistamise ja läbiviimise tehnikas. Just tema loob uurimisseadmed uute füüsikaliste protsesside uurimiseks, laboratoored katsetendid uute tehniliste toodete kvaliteedi hindamiseks ja tehnoloogilised stendid tehaste seeriatoodete katsetusteks. [7]

Just lihtsat ja mitmekesiste õpiobjektide puhul peaks õppija omandama insenerikatsetuse korraldamise oskuse ja rakendama seda oskust kompetentselt oma praktilises tegevuses uute ja keerulisemate objektide loomisel, mille puhul olemasoleva mudelkirjeldus on väga ebatäpne. [8]

Laboratoorse praktikumi väljatöötamine koosneb järgmistest ülesannetest:

- omandada teoreetilised teadmised ja teostada nende praktiline tugevdamine;
- omandada oskusi iseseisvaks tööks reaalsete seadmetega;
- tehnoloogilise eksperimendi planeerimine ja seadistamine;

- eksperimendi jaoks vajalike seadmete valimine;
- eksperimendi tulemuste töötlemine ja selgitamine;
- teoreetilise analüüs tulemuste võrdlemine eksperimentaalse teabe andmetega. [8]

Laboratoorse praktikumi käigus peab üliõpilane õppima:

- eksperimendi asjatundlikku läbiviimist, st optimaalse mõõtmistehnika valimist, katsetingimuste kontrollimist, seadmete õiget kasutamist;
- hinndama tehtud mõõtmiste täpsust ja seostama hilisemate arvutustega;
- mõõtmistulemuste ratsionaalset (st sisuliselt põhjalikult ja vormiliselt kokkuhoidlikult) registreerimist töö aruandes;
- koostama arusaadavat ja põhjalikku aruannet tehtud eksperimendi kohta, mis vastab nõuetele. [9]

Tuleb meeles pidada, et läbiviidud katse aruandluse ettevalmistamine on oluline osa labori praktikumist. [9]

1.3 Laboratoorse praktikumi ülesanded ja planeerimise eripärasused

Laboratoorne praktikum peaks vastama järgmistele eesmärkidele:

- 1) Saadud teoreetiliste teadmiste praktiline kinnistamine.

Lisaks füüsikalise protsessi enda mõistele on vaja näha ka selle ilmnemist tegelikus tehnilises seadmes. Ainult selline ühtsus peaks aidama kaasa uurimisobjekti võimalikult täielikule ja terviklikule vaatele.

- 2) Iseseisva töö oskuste omandamine reaalsetel seadmetel.
- 3) Tehnilise eksperimendi planeerimine ja läbiviimine.
- 4) Eksperimendi läbiviimise jaoks vajalike seadmete valik.
- 5) Eksperimendi tulemuste töötlemine ja selgitamine.
- 6) Teoreetilise analüüs tulemuste võrdlus saadud eksperimentaalse teabe andmetega. [10]

Laboratoorse praktikumi planeerimise põhijooned on seotud didaktilise osaga. Praktikumi peamine didaktiline eesmärk on varem omandatud teoreetiliste teadmiste eksperimentaalse kinnitamine. [10]

Vastavalt peamisele didaktilisele eesmärgile võiks laboratoorse praktikumi sisu olla järgmine:

- valemite kontrollimine;
- metoodikate kontrollimine;
- arvutustega kontrollimine;
- seaduspärasuste leidmine ja kinnitamine;
- metoodikaga tutvustamine;

- eksperimentide läbiviimine;
- aine omaduste kindlaks määramine;
- kvalitatiivsete ja kvantitatiivsete näitajate määramine;
- nähtuste arengu jälgimine. [11]

Laboratoorse praktikumi sisu ja ulatuse valikul tuleb arvesse võtta järgmisi tegureid:

- õppematerjali omandaminse keerukus;
- õpitud teoreetiliste aluste asjakohasus eelseisva ametialase karjääri jaoks;
- konkreetse laboratoorse praktikumi olulisus tööde kogumikus ja selle tähtsus kursuse sisu terviklikkuse kujundamisel. [11]

Laboratoorse praktikumi teema vastab selles praktikumis õpitavale teemale ja sellega seonduvatele aspektidele. Praktikumi eesmärk näitab valitud teema uurimise praktilist suunitlust. Laboratoorse praktikumi eesmärgid kajastavad oskusi, mida üliõpilane püüab omandama töö jooksul.

2. KALORIMEETRILINE MEETOD ENALPIA MÄÄRAMISEKS

Kalorimeetria on meetodite kogum erinevate füüsikaliste ja keemiliste protsessidega kaasnevate soojusefektide mõõtmiseks. Kalorimeetria ülesanne on meetodite väljatöötamine kõige olulisemate termodünaamiliste suuruste, nagu ainete moodustumise entalpia, reaktsioonide entalpia, faasisiirete entalpia ja soojusmahtuvuse määramiseks. Vajalik kalorimeetriline meetod valitakse sõltuvalt protsessi iseloomust (kestus, soojusefekti suurus, temperatuur, rõhk ja mõõtmise täpsus). [12]

Mõõtmise klassifikatsiooni kohaselt liigitatakse kalorimeetria termofüüsikalise mõõtmise alla. Teaduslikus mõttes - eksperimentaalse termodünaamika alla. Kalorimeetrias mõõdetud suurused on teatud liiki energia, eelkõige soojuse vorm ja energiaga seotud soojusmahtuvus. [13]

Kalorimeetrilise mõõtmise käigus määratud füüsikalise suuruse tütüp sõltub valitud termodünaamilise süsteemi parameetritest - temperatuur, rõhk, ruumala. Seega on suletud termodünaamilisele süsteemile rakendatav soojus konstantse ruumala juures võrdne süsteemi siseenergia suurenemisega ($dU)_{vn}=dQ_v$) ja suletud süsteemile rakendatav soojus konstantse rõhu juures võrdne entalpia H suurenemisega:

($dH)_{Pn}=dQ_P$). Entalpia esmane tähtsus tuleneb asjaolust, et erinevate protsesside soojusefekte (mida nimetatakse ka reaktsiooni soojusefektideks) mõõdetakse enamasti konstantsel rõhul. [13]

Entalpiat, mis on määratletud võrrandiga $H=U+p\cdot V$, võib vaadelda kui süsteemi uut omadust, mis on sisemise energia U ja "mahuenergia" summa. Entalpia füüsikaline tähendus seisneb selles, et entalpia erinevus (H_2 -lõplik entalpia ja H_1 -alg entalpia) süsteemi kahe oleku vahel on võrdne isobaarse protsessi soojusefektiga:

$$Q_P=H_2-H_1=\Delta H \quad (2.1)[[14]]$$

Soojuse mõju konstantsel rõhul $Q_P = \Delta H$ nimetatakse reaktsiooni entalpiaks ja ΔH võib olla suurem kui null ($\Delta H > 0$) endotermiliste reaktsioonide puhul ja väiksem kui null ($\Delta H < 0$) eksotermiliste reaktsioonide puhul. 1836. aastal tegi H. I. Hess kindlaks, et protsessi termiline efekt ei sõltu vahepealsetest etappidest, vaid on määratud ainult süsteemi alg- ja lõppseisundiga. Üldine valem näeb välja järgmiselt:

$$\Delta H^\circ = \sum \Delta H(\text{produktid}) - \sum \Delta H(\text{läheteained}) \quad (2.2)[[14]]$$

Hessi seadus on otsene eksperimentaalne kinnitus energia säilimise seaduse kohaldatavusele keemiliste reaktsioonide energia suhtes. Ainete moodustumise entalpiad standardtingimustes on nende peamised energiaomadused ja need suurused on leitavad termodünaamika käsiraamatutest, mida kasutatakse mitmesuguste reaktsioonide entalpiate arvutamiseks. [14]

Võrdluses ja termodünaamilistes arvutustes on reaktsioonide soojuse mõju alati viidatud standardtingimustele ja tähistatud ΔH^0 -ga. Standardtingimuste kehtestamine on tingitud termilise mõju sõltuvusest (temperatuurist ja rõhust), kuigi vähesel määral. Tavaliselt kasutatakse standardtingimustena termiliste mõjude väärtsi $P=1$ atm ja $t=25$ °C juures. Reaktsioonide soojusmõjud on eri väärtsused.

Soojuslike mõjusid eristatakse:

- massiühiku kohta – ΔH_m [J/g];
- aineühiku kohta (molaarsed entalpiad) – ΔH_n [J/mol];
- ruumalaühiku kohta – ΔH_V [J/m³]. [13]

Soojuse mõju mõõdetakse kalorimeetriga, mida kasutatakse soojuse koguse määramiseks. Mõiste "kalorimeeter" leiutas A.L. Lavoisier 1780. aastal. Kalorimeeter koosneb kestast temperatuuriga (T_{Ke}) ja kalorimeetrilisest süsteemist temperatuuriga (T_{Ka}). Kalorimeetriliste mõõtmiste põhimõte seisneb selles, et protsessi läbiviimisel kalorimeetris jälgitakse kalorimeetrilise süsteemi oleku muutust ja selle muutuse suuruse järgi hinnatakse protsessi käigus eraldatud (või neeldunud) soojuse kogust. Kalorimeetri konstruktsiooni määrab temperatuurivahemik, nõutav täpsus ja mõõdetava soojusefekti tüüp. Kaasaegsed kalorimeetrid töötavad temperatuuri-vahemikus 0,1 kuni 4000 K suudavad mõõta soojushulka täpsusega 0,01-10 %. On olemas madala temperatuuriga (≤ 90 K), keskmise temperatuuriga ($90 \leq T \leq 500$ K) ja kõrge temperatuuriga ($T \geq 500$ K) kalorimeetrid. [13]

Kalorimeetrisüsteem on kehade kogum, mille vahel jaotub mõõdetav kogus soojust. Kalorimeetrilist süsteemi ümbritsevad seadmed, mis on ette nähtud soojusülekande reguleerimiseks — kalorimeetri kestad. Kalorimeetriline süsteem koosneb kalorimeetrilisest anumast (millega toimub uuritav protsess), temperatuuri mõõteseadmest (termomeeter, termopaar, termistor) ja elektrisoojendist. Kalorimeetriline süsteem on kaitstud ekraanidega või kestadega, mille eesmärk on reguleerida selle soojusvahetust keskkonnaga. Kestad jagunevad isotermilisteks ja adiabaatilisteks kestadeks. Elektriküttega varustatud korpusse temperatuuri reguleeritakse automaatselt elektrooniliste seadmete abil. [15]

Kalorimeetrite klassifikatsioon võib olla väga erinev. Mõõdetava suuruse tüibi järgi võib kalorimeetrid klassifitseerida: kosmiliste osakeste energia määramiseks (ionisatsiooni kalorimeetrid), röntgeni ja radioaktiivse kiirguse energi mõõtmiseks, keemiliste reaktsioonide entalpiate mõõtmiseks, soojusmahtuvuse ja faasisiirete soojuse mõõtmiseks. [14]

Kõik kalorimeetrid võib jagada muutuva temperatuuriga, konstantse temperatuuriga ja soojuse juhtivkalorimeetriteks vastavalt soojuse koguse mõõtmise põhimõtttele.

Kõige levinumad on muutuva temperatuuriga kalorimeetrid, milles soojuse kogust hinnatakse kalorimeetrisüsteemi temperatuuri muutuse järgi ja nende hulgas võib eristada järgmist:

- vedelikud, milles uuritava protsessi soojus kantakse üle kalorimeetrilisse anumasse asetatud "kalorimeetrilisele vedelikule";
- massiivsed, milles soojus kantakse üle sobiva suurusega ja kujuga metallplokile;
- konteinerikalorimeetrid, mis on väikese suurusega õhukese seinaga metallist anumad, millesse asetatakse uuritav aine;
- kahekordsed kalorimeetrid - erineva konstruktsiooniga vedelik- või metallkalorimeetrid. [12]

Vähem levinud on konstantse temperatuuriga (isotermilised) kalorimeetrid, mida kasutatakse kõige sagedamini pikaajaliste protsesside uurimiseks. Nendes kasutatakse vabanenud või neeldunud soojuse hulga hindamiseks ainet, mis on muutnud oma agregaatolekut. Nende hulka kuuluvad sulava tahke ainega (jää, difenüülmetaan, difenüüleeter) või aurustuva vedelikuga (vedel lämmastik, vesinik, helium) kalorimeetrid. [12]

Soojust juhtivad kalorimeetrid on kasutusel soojusvoogude kalorimeetrias, mille puhul vabanenud (neeldunud) soojuse määramine põhineb soojusvoogude võimsuse dQ/dt mõõtmisel (Tian-Calveti mikrokalorimeetria ($dQ/dt=f(t)$ kui $t=\text{const}$)). [12]

Kalorimeetrite kaasaegne klassifikatsioon põhineb kolmel tunnusel: mõõtmismeetod, mõõtmisviis ja seadme konstruktsiooni põhimõtte. Klassifitseerimise mõõtmismeetodite hulgas on: faasisiirde kompenseerimine, kompenseerimine termoelektrilise efekti abil, temperatuuri erinevuse mõõtmine ja lokaalse temperatuuri erinevuse mõõtmine. Samaks eesmärgiks mõeldud mõõtmisrežiimide hulgas on: isotermiline (T_{Ke} ja $T_{Ka}=\text{const}$), isoperiboolne ($T_{Ke}=\text{const}$, aga $T_{Ka}=\varphi(P)$), adiabaatiline ($T_{Ke}=T_{Ka}$) ja skaneeriv ($T_{Ke}=\varphi(Z)$). Vastavalt ehituspõhimõttele on olemas ühe kalorimeetrisüsteemiga või kahe kalorimeetrisüsteemiga kalorimeetrid. [12]

Kalorimeetrilise vedelikuna võib kasutada inertseid vedelikke, mis uuritavates protsessides ei osale, või vedelikke, mis on mõõdetava protsessi koostisosa ja mille soojust tuleb mõõta. Selliste protesside näidete hulka kuuluvad: vesilahuste või mittevesilahuste moodustamise protsessid, niisutamine, paisumine. Kalorimeetriline vedelik võib olla vesilahus, mittevesilahus või mõni muu reaktiiv. Reeglina kasutatakse inertseks kalorimeetriseks vedelikuks destilleeritud vet, sest sellel on mitmeid eeliseid: kättesaadavus, puastamise lihtsus ja koostise muutumatus. Puudusteks on suhteliselt kõrge küllastunud aururöhk isegi toatemperatuuril ja kõrge aurustumissoojus. [13]

Käesoleval ajal on teada palju eksperimentaalseid uuringuid, milles vee asemel on

kasutatud muid kalorimeetrilisi vedelikke. Nitrobenseeni, etüülalkoholi, süsiniktetrakloriidi ja muid vedelikke, mida võib kasutada toatemperatuuril. Metallsüsteemide kalorimeetrilisteks mõõtmisteks kõrgetel temperatuuridel kasutatakse kalorimeetrilise vedelikuna sulatatud tina. [13]

Termokeemia põhiseadust (tuntud kui Hessi seadus) kasutatakse selliste reaktsioonide soojuse mõju määramiseks, mida ei saa otseselt mõõta. Teatud tüüpiliste reaktsioonide puhul kasutatakse termini "reaktsiooni soojusefekt" asemel erimõisteid: faasisiirdesoojus, moodustumise soojus, põlemissoojus. [13]

2.1 Moodustumise entalpia (neutraliseerimine)

Standardne moodustumise entalpia (ΔH^o_T) – on ühe mooli aine moodustumise reaktsiooni soojusefekt lihtsatest aine, mis toimub konstantsel rõhul. Lihtainete moodustumise entalpia on võrdne nulliga ja moodustumise entalpia nullväärust viitab aggregatsiooni olekule, mis on stabiilne temperatuuril T = 298 K. [16]

Kui tugev hape neutraliseeritakse tugeva alusega, toimub olenemata happe aniooni ja aluse katiooni olemusest sama protsess - vee molekuli moodustumine vesinik- ja hüdroksiidioonist. See protsess vastab termilisele efektile, mida nimetatakse neutraliseerimissoojuseks. Nõrkade hapete neutraliseerimine tugevate alustega või tugevate hapete neutraliseerimine nõrkade alustega kaasab nõrga elektrolüüdi samaaegse dissotsiatsiooni. Dissotsiatsioonisoojus ΔH_{dis} vabaneb või neeldub, mis sõltub molekulide ionideks lagunemisel neeldunud soojusest, ionide hüdratsiooni soojusest lahest molekulide poolt. Dissotsiatsioonisoojus võib olla kas positiivne või negatiivne. Niisiis nõrkade hapete ja aluste neutralisatsioonisoojus koosneb kahest väärustest: ionidest vee moodustumise soojusest ja nõrga elektrolüüdi dissotsiatsiooni soojusest:

$$\Delta H^o_{nõrk\ el.\ neut.} = \Delta H^o_{tug.\ el.} + \Delta H^o_{dis} \quad (2.3)$$

где: $\Delta H^o_{nõrk\ el.\ neut.}$ – nõrga elektrolüüdi neutraliseerimise soojus;

$\Delta H^o_{tug.\ el.}$ – tugeva elektrolüüdi neutraliseerimis soojus;

ΔH^o_{dis} – nõrga elektrolüüdi dissotsiatsioonisoojus. [16]

2.2 Faasisiirde entalpia

Faasisiirde soojus jaguneb sõltuvalt faasiülemineku tüübist järgmiselt: sulamise (kristalliseerumise), aurustumise (kondenseerumise), sublimatsiooni soojusteks.

Faasiülemineku standardentalpia on aine füüsikalise oleku muutumisel toimuv standardentalpia muutus. Temperatuur, mille juures toimub faasi muundumine - üleminekutemperatuur.

Käsiraamatutes toodud faasisiirde standardmolaarentalpiad kujutavad endast entalpia muutusi, mis tulenevad 1 mol aine faasiüleminekust standardseisundis üleminekutemperatuuril ja normaalsel atmosfäärirõhul. Vastastikuste protsesside, näiteks aurustumise ja kondenseerumise puhul on molaarsed entalpiad absoluutväärtsusest võrdsed, kuid vastupidise märgiga, nii et käsiraamatutes on esitatud ainult üks väärustest. Näiteks on käsiraamatutes esitatud vee aurustumise molaarne entalpia $\Delta H_{aur} = 40,66 \text{ kJ/mol}$. See tähendab, et 1 mol vee muutmiseks veeauruks kulub 40,66 kJ soojust temperatuuril 398,15 K (100 °C) ja rõhul 101,3 kPa. Positiivne ΔH_{aur} näitab, et protsess on endotermiline. Vastupidise eksotermilise kondensatsiooni protsessi tulemusena vabaneb 1 mol vee puhul 40,66 kJ soojust ja seega $\Delta H_{kond} = -40,66 \text{ kJ/mol}$. [17]

Standard sulamisentalpia ΔH_{sul}° on entalpia muutus, mis kaasneb antud aine 1 mol sulamisega tema sulamistemperatuuril ja 101,3 kPa rõhu juures. [17]

Sulamissoojus - üleminek tahkest ainest vedelikuks - on alati positiivne. Vedelfaasi maht (mol, spetsiifiline) ($V_{ved} = V_2$) võib üldjuhul olla suurem või väiksem kui sama koguse tahke faasi maht ($V_{tahke} = V_1$). Võrrandist (2.4) tuleneb, et dP/dT või dT/dP pöördväärus, mis iseloomustab temperatuuri muutust rõhu suurenemisel, võib olla positiivne või negatiivne. See tähendab, et sulamistemperatuur võib rõhu kasvades tõusta või langeda. [17]

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H_{siirde}}{T_{siirde}(V_2 - V_1)} \quad (2.4) [17]$$

kus: ΔH_{siirde} – faasisiirde entalpia [J/mol];

T_{siirde} – faasisiirde temperatuur [°C];

$V_2 - V_1$ – mahuerinevus [cm^3/mol]. [17]

Näiteks benseeni puhul ($T_{sul} = 5,4 \text{ }^\circ\text{C}$; $\Delta H_{sul} = 9986 \text{ J/mol}$; $V_{ved} = 87,28 \text{ cm}^3/\text{mol}$; $V_{tahke} = 86,27 \text{ cm}^3/\text{mol}$ saame võrrandist (2.4)):

$$\frac{dP}{dT} = \frac{\Delta H_{sul}}{T_{sul}(V_{ved} - V_{tahke})} = \frac{9986}{278,5 \cdot (87,28 - 86,27) \cdot 10^{-6}} = 35,50 \cdot 10^6 \text{ Pa/K} [17]$$

Pöördväärus $dT/dP = 0,0282 \cdot 10^{-6} \text{ K/Pa}$. Seega, kui rõhk suureneb sulamistemperatuuri lähedal, suureneb benseeni sulamistemperatuur. Suure hulga ainete puhul on dT/dP väärus positiivne. See väärus on negatiivne ainult vee, vismuti ja mõne muu aine puhul, mille vedeliku tihedus sulamistemperatuuril on suurem kui tahke aine tihedus ja ($V_{ved} - V_{tahke}$) < 0 . [17]

Standardne aurustumisentalpia ΔH_{aur}° on entalpia muutus, mis kaasneb 1 mol aine aurustumisega, selle keemistemperatuuril ja ühe atmosfääri rõhu juures.

Aurustumissoojus (ΔH_{aur}) - üleminek vedelast faasist gaasiliseks faasiks - on positiivne. Sel juhul on gaasi ruumala (spetsiifiline, molaarne) alati suurem kui vedeliku vastav ruumala, st võrrandis (2.4) on alati $V_2 > V_1$. Seetõttu on dP/dT ja seega ka dT/dP alati positiivsed. Järelikult tõuseb aurutemperatuur alati koos rõhu suurenemisega. [17]

Kriitilisest temperatuurist kaugel asuvates temperatuurides on küllastunud auru tihedus mitu korda väiksem kui vedeliku tihedus ja selle pöördväärtus, st auru molaarne (spetsiifiline) maht on mitu korda suurem kui vedeliku molaarne (spetsiifiline) maht. Seetõttu võib võrrandis (2.4) esitatud väärtsuse $V_1 = V_{ved}$ tähelepanuta jäätta ja see omandab vormi: [17]

$$\Delta H_{aur} = T \frac{dP}{dT} V_{gas} \quad (2.5) [17]$$

Kui kriitilisest temperatuurist kaugel olevat küllastunud auru temperatuuri võib pidada ideaalgaasiks, siis $V_{gas} = RT/P$ ja võrrand (2.4) avaldub järgmiselt:

$$\Delta H_{aur} = RT^2 \frac{dP}{dT} \cdot \frac{1}{P} = RT^2 \frac{d \ln P}{dT} \quad (2.6) [17]$$

Vedelike aurustumissoojus varieerub koos temperatuuriga. Keskmise temperatuuri juures ei vähene märkimisväärsest ning vastupidi, väheneb väga palju kriitilise temperatuuri lähedal, milltel $\Delta H_{aur} = 0$. [17]

2.3 Soojusmahtuvus

Protsessi soojusefekt on soojushulk Q , mis vabaneb või neeldub antud temperatuuril ja konstantse rõhu või mahu juures toimuva protsessi tulemusel, ilma et tekiks mingit kasulikku tööd. Isohoorilistes ja isobaarilistes protsessides on soojusefekt võrdne vastavalt süsteemi siseenergia ΔU ja entalpia ΔH muutusega. Sellisel juhul kehtib Hessi seadus, mille kohaselt ei sõltu protsessi (sealhulgas keemilise reaktsiooni) termiline mõju vahepealsetest etappidest, vaid on määratud ainult lähte- ja lõppainete olemusest ja agregaatolekust, tingimusel, et lähte- ja lõpptemperaturid on ühesugused. Kuna protsessid toimuvad tõenäolisemalt konstantsel rõhul, väljendatakse termilisi mõjusid tavaliselt ΔH -ga, mida järgnevalt kasutatakse kaudselt. Enamik füüsikalisi-keemilisi arvutusi nõuab teadmisi ainete soojusmahtuvuse, lahustumisprotsesside, faasimuutuste ja keemiliste reaktsioonide soojuse mõju kohta. Neid väärusi saab mõõta eksperimentaalselt. Kui soojuse mõju ei ole võimalik määrata otsese eksperimendi abil (näiteks, ühendite moodustumise soojuse puhul lihtsatest ainetest), arvutatakse see Hessi seadusest ja selle tagajägedest lähtuvalt abikalorimeetriliste katsete tulemuste põhjal. Toatemperatuurile lähedastel temperatuuridel kasutatakse tavaliselt kalorimeetrilist meetodit. Kalorimeetrilistes katsetes määratakse protsessi soojusefekti Q väärus ja kalorimeetri temperatuuri Δt muutuse alusel (ilma soojuskadudeta): [18]

$$Q = (\sum g_i \cdot C_i) \cdot \Delta t = C_w \cdot \Delta t \quad (2.7) [18]$$

kus: g_i – katsetatavate ainete mass, kalorimeeter ja tarvikud (segisti, ampull, termomeeter) [g];

C_i – katsetatava aine, kalorimeetri ja abiseadmete erisoojusvõimsused [J/g];

C_w – süsteemi summaarne soojusmahtuvus on süsteemi kõigi soojusvahetuses osalevate osade soojusmahtuvus [J/K]. [18]

Võrrandit (2.7) võib kirjutada järgmiselt:

$$Q = (g_1 \cdot C_1 + K) \cdot \Delta t \quad (2.8) [18]$$

kus: K – kalorimeetrikonstant, st soojusvahetuses osalevate kalorimeetri osade ja abiseadmete soojusmahtuvus [J/K];

C_1 – kalorimeetri sisu soojusmahtuvus;

g_1 – kalorimeetri sisu mass;

Δt – protsessi temperatuurimuutus, mis toimub kalorimeetri ja keskkonna vahelise soojusvahetuse puudumisel. [18]

Soojusmahtuvus on süsteemi soojendamise (või jahutamise) inertsuse mõõt ja on arvuliselt võrdne soojuse kogusega, mis tuleb süsteemi anda, et tõsta selle temperatuuri ühe kraadi võrra isobaarse ($p=\text{konst}$) või isohoorse ($V=\text{konst}$) kuumutamise protsessis. [18]

Eristatakse keskmist ja tegelikku soojusvõimsust. Süsteemi keskmise soojusmahtuvus temperatuurivahemikus $T_1 - T_2$ arvutatakse valemitega:

$$\overline{C_v} = \frac{Q_v}{T_2 - T_1} = \frac{Q_v}{\Delta T} \quad \overline{C_p} = \frac{Q_p}{T_2 - T_1} = \frac{Q_p}{\Delta T} \quad (2.9) [19]$$

kus: $\overline{C_v}$ – isohoorse kütte soojusmahtuvus ($V=\text{const}$);

$\overline{C_p}$ – isobaarse kütte soojusmahtuvus ($p=\text{const}$);

Q – soojushulk, mis on vajalik süsteemi temperatuuri tõstmiseks temperatuurilt T_1 temperatuurini T_2 isobaarse (Q_p arvestades, et $p=\text{const}$) või isohoorse (Q_v arvestades, et $V=\text{const}$) kuumutusprotsessi käigus. [19]

Tegelik soojusmahtuvus määratatakse sarnaste võrranditega nagu (2.9), kuid piiridega temperatuurivahemikus $\Delta T \rightarrow 0$. Need piirväärised on võrdsed entalpia ja siseenergia tuletistega:

$$C_v = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} \left(\frac{Q_v}{\Delta T} \right) = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} \left(\frac{\Delta U}{\Delta T} \right) = \frac{\partial U}{\partial T}; \quad C_p = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} \left(\frac{Q_p}{\Delta T} \right) = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} \left(\frac{\Delta H}{\Delta T} \right) = \frac{\partial H}{\partial T} \quad (2.10) [19]$$

Selge, et kui temperatuurivahemik väheneb, kaldub keskmise soojusmahtuvus tegeliku soojusmahtuvuse suunas, sest võrrandid (2.9) muutuvad piirvääruses (2.10). Isegi

ideaalse kalorimeetriga (kui mõõtmine toimub 0,05% täpsusega) pole võimalik eristada $\Delta T \leq 5$ °C juures tegelikku ja keskmist soojusmahtuvust. Kalorimeetri temperatuuri muutmisel 5 °C ulatuses arvestatakse soojusmahtuvus tegelikuks vääruseks. Kui rõhk kalorimeetrisüsteemis püsib katse ajal konstantsena (avatud kalorimeetris on see atmosfääriline), siis arvutatakse protsessi määratud soojusefektist Q_P soojusmahtuvus konstantsel rõhul C_P (isobaarne soojusmahtuvus), kasutades võrrandeid (2.9) ja (2.10). Kui kalorimeetrisüsteemi ruumala jäab konstantseks ja rõhk muutub katse ajal, arvutatakse soojusmahtuvus konstantse ruumala juures C_V (isohoorne soojusmahtuvus) protsessi Q_V määratud soojusefektist, kasutades võrrandeid (2.9) ja (2.10). Isotermilise kestaga kalorimeeter tagab soojusvahetuse keskkonnaga, mis võimaldab arvutada katsele vastava temperatuuri muutuse Δt ilma soojusvahetuseta.

[19]

3. PRAKТИLINE OSA

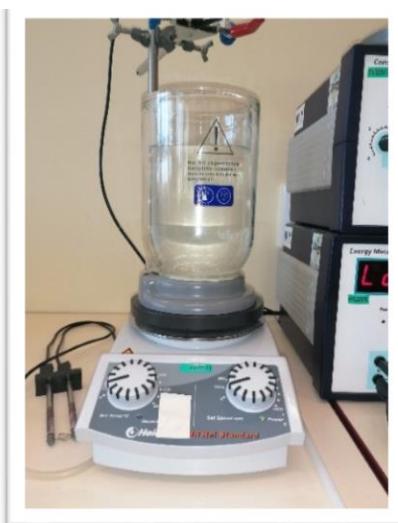
3.1 Kalorimeetri seadistuse ja mõõtmisprotsessi kirjeldus

Kalorimeeter on seade, mida kasutatakse erinevate füüsikaliste ja keemiliste protsesside soojuslike mõjude mõõtmiseks ja soojusmahtuvuse määramiseks. Lihtsaim kalorimeeter on anum (klaas), mis on paigutatud teise, suurema läbimõõduga anumassee, kus on väike õhuvahel soojusülekande vähendamiseks. Anuma ülaosa on suletud kaanega, mille kaudu seadistatakse segisti ja termomeeter. Kalorimeetris on vee temperatuur aurustumise töttu madalam kui õhu temperatuur. [20]

Kehade kogumit, mille vahel mõõdetud soojushulk jaotub, nimetatakse kalorimeetrisüsteemiks ja seda ümbristevaid seadmeid, mis on mõeldud soojusvahetuse reguleerimiseks, nimetatakse kalorimeetri kestadeks.

Kalorimeetriline süsteem koosneb järgmistest osadest (joonis 3.1):

- kalorimeetri anum (klaasanum), milles uuritav protsess toimub;
- temperatuuri mõõtevahendid (elavhõbedatermomeeter, takistustermomeeter, termopaar, termistor);
- elektrikütteseade;
- magnetsegaja koos magnetiga.



Joonis 3.1 Kalorimeetriline süsteem

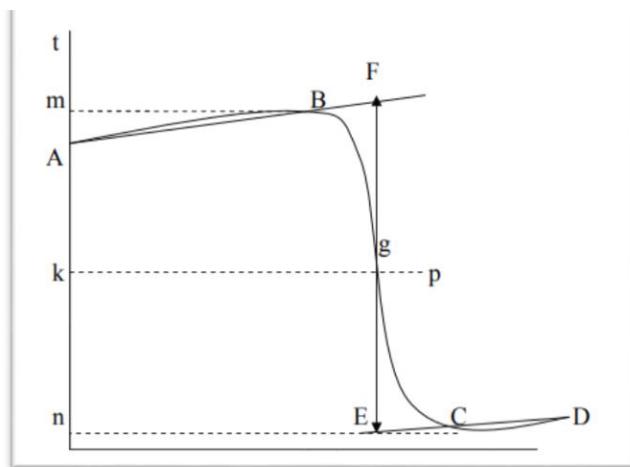
Kalorimeetriline süsteem on kaitstud ekraanide või ümbrisega, mis on ette nähtud selle soojusvahetuse reguleerimiseks keskkonnaga. Elektrikütteseadmega varustatud kesta temperatuuri reguleeritakse automaatselt elektrooniliste seadmete abil. [20]

Kalorimeetrid on kahte peamist tüüpi: isotermilised ja adiabaatilised. Esimest tüüpi kalorimeetris kulub kogu vabanev soojus selles sisalduva aine agregeeritud oleku muutmiseks (tahke aine sulamine või vedeliku aurustumine); temperatuur jäab

kalorimeetris konstantseks, sest esimest tüüpi faasisiire toimub ühekomponentses süsteemis konstantsel rõhul isotermiliselt. Teist tüüpi kalorimeetrite puhul on iseloomulik, et katse ajal muutub temperatuur ja osa mõõdetavast soojusest võib kaduda soojusvahetuse teel keskkonda, mida tuleb arvesse võtta. [20]

Ühine ja kohustuslik kõigi termokeemias tehtavate praktikumi tööde puhul on temperatuuri täpne määramine kalorimeetrilise katse ajal. Kalorimeetris tehtavate kalorimeetritlike mõõtmiste käigus toimub soojusvahetus keskkonnaga, mille tulemuseks on soojuskadu keskkonda. Seetõttu erineb uuritava protsessi alg- ja lõpptemperatuuri erinevus tavaliselt protsessitemperatuuri muutusest, mis on määratud tingimustes, mis välistavad soojuskadusid. Kalorimeetrilisel mõõtmistel saadud andmete põhjal saab tegelikku temperatuurimuutust määrata kahel viisil - analüütiselt ja graafiliselt. [20]

Graafiline meetod on lihtsam, sama täpne kui analüütiline meetod ning võimaldab protsessi paremini mõista. Tegeliku temperatuuri muutuse määramisel graafilise meetodi abil regstreeritakse kalorimeetris oleva vedeliku temperatuur tööks ettevalmistatud kalorimeetrisse asetatud klaasis seni, kuni temperatuurimuutus on ühtlane ja ebaoluline või kuni temperatuurimuutust ei täheldata (vähemalt 5 minutit). Seda loetakse esialgseks perioodiks. Seejärel algab termokeemiline katse ilma temperatuuri salvestamist katkestamata, mida nimetatakse põhiperiodiks. Põhiperiodi lõpus, kui temperatuurimuutus on taas ühtlane ja ebaoluline, jätkatakse temperatuuri regstreerimist veel 5 minutit, mille järel loetakse katse lõppenuks ja seda täheldake kui lõpperiodi. Vedeliku segamine segisti abil hõlbustab kiiret termilist tasakaalu kalorimeetris. [20]



Joonis 3.2 Graafik temperatuuri muutuse määramiseks [20]

Kasutades katseandmeid, joonistatakse graafik temperatuuri-aja koordinaatidega. Saadud graafik (endotermilise protsessi puhul) on järgmine (joonis 3.2). Aega, mis viitab lõigule AB, nimetatakse "algusperioodiks", BC "põhiperioodiks" ja CD

"lõppperioodiks". Tegeliku ΔT määramiseks tömmatakse jooned läbi punktide, mis registreerivad alg- ja lõpperiodide AB ja CD ühtlast temperatuurimuutust. Põhiperiodi algus on protsessi algus, mille järel temperatuur hakkab järult muutuma, ja põhiperiodi lõpp on punkt, mis langeb esimesena joonele CD. Punktid B ja C projitseeritakse ordinaatteljele, leitakse lõigu mn keskpunkt ja tömmatakse sirge joon kp. Vertikaalne joon tömmakse läbi punkti g. Ekstrapoleeritakse vertikaalsed lõigud AB ja CD kuni lõikepunktini vertikaaliga punktides E ja F. Segment EF vastab tegeliku temperatuurimuutusele ΔT kalorimeetrilises katses koos soojusülekande korrektsiooniga. BS järskus sõltub uuritava termilise protsessi olemusest ja tingimustest. AB ja CD järskus sõltub keskkonnaga toimuva soojusvahetuse iseloomust ja tingimustest. Seega saab ABCD kövera tüübi järgi hinnata tehtud katse kvaliteeti ja arvestada selle puudustega järgmiste katsete läbiviimisel. Oluline: termilisest protsessist tingitud ΔT määramise täpsus on peamine tegur, mis määrab lõpptulemuse täpsuse (soojusmahtuvuse või termilise mõju arvutamine). [20]

Kalorimeetrilistes katsetes on soojuse mõju määramiseks vaja teada süsteemi C_w summaarset soojusmahtuvust. See väärthus arvutatakse katseandmete põhjal, rakendades süsteemi teadaolevat soojusekogust Q ja määrates Δt graafiliselt. Teatud koguses soojust saab suunata süsteemi, rakendades elektrienergiat või lahustades teadaoleva lahustumissoojusega soola. [20]

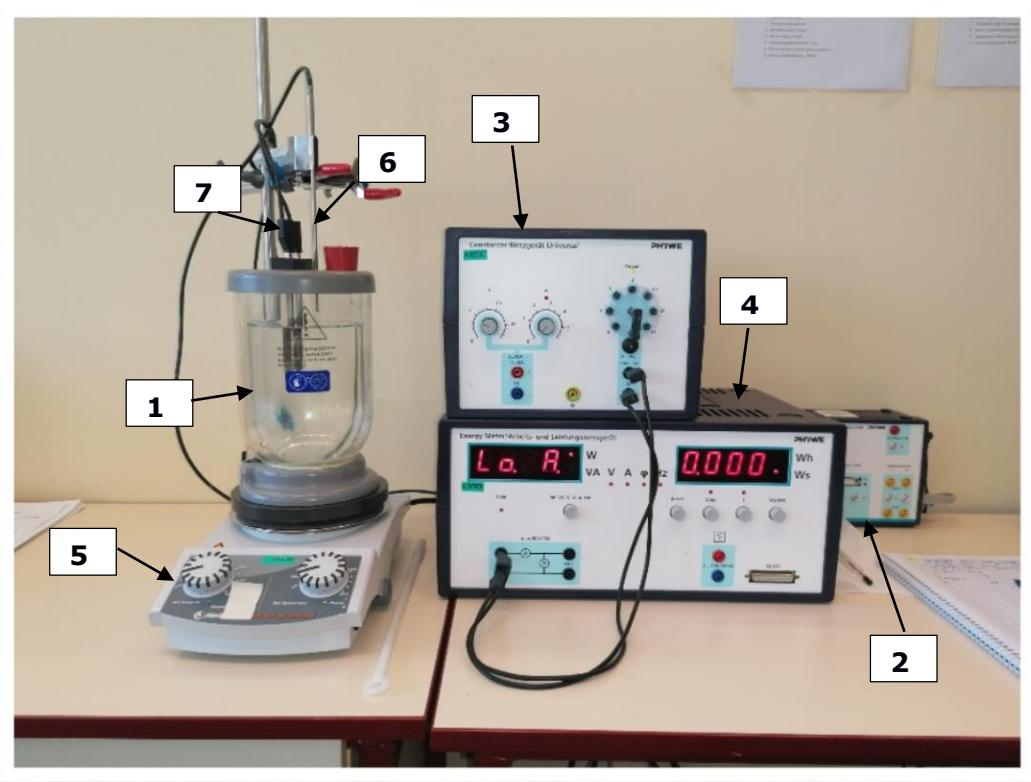
3.2 Kalorimeetriliste katsete läbiviimine «Phywe Cobra 3» seadme abil

Käesoleva lõputöö eesmärk on kirjutada metoodiline juhend, kasutades Phywe Cobra 3 seadet. Seadme kasutamiseks on vaja uurida selle struktuuri ja tööpõhimõtet.

Phywe Cobra 3 kalorimeetriline seade, mida kasutati kalorimeetriliste katsete tegemiseks neutraliseerimise, aurustumise ja sulamisentalpiate määramise meetodite välatöötamiseks on näidatud all (joonis 3.3). Selle seadme peamised osad on järgmised:

1. kalorimeeter Phywe;
2. põhiseade Phywe;
3. toiteallikas Phywe;
4. energiaplokk Phywe;
5. magnetsegaja;
6. temperatuuriandur;
7. kütteelement.

Kalorimeeter, põhiseade, toiteallikas ja energiaplokk tuleb üksikasjalikumalt läbi vaadata.



Joonis 3.3 Kalorimeetriline seade Phywe Cobra 3

Kalorimeeter Phywe (joonis 3.1) koosneb klaasist Dewar-kolbist (mahuga 1200 ml) koos kaane ja alusega. Kaanes on kaks auku, mida kasutatakse täitmiseks ja temperatuurianduri, kütteelemendi või aurustusanuma paigaldamiseks. Kalorimeetriga määratatakse reaktsiooni entalpia, latentne soojus või erisoojusvõimsus. Väikese soojusmahtuvusega hästi isoleeritud anumas põhjustab sisse- või väljavõetud soojuse hulk temperatuuri muutuse, mida saab täpselt mõõta ja mille põhjal saab arvutada

soovitud muutuja, kui muud katsetingimused on teada. Kalorimeeter on läbipaistev, nii et on võimalik jälgida tüüpilisi värvimuutusi, agregaatoleku muutusi või sademeid, mis sageli esinevad keemiliste reaktsioonide käigus. [21]



Joonis 3.4 Põhiseade Phywe

Põhiseade Phywe (joonis 3.4) (Cobra3 Basic-Unit) on mõõtmise, juhtimise ja reguleerimise liides. See võib töötada kas arvuti või spetsiaalse juhtimisseadmega (COM-üksus).

Seadmel on 3 analoogsisendit (1 mooduliport, 2 anduriporti), 1 analoogväljund, 3 digitaalset juhet, 2 taimeri/loenduri sisendit ja fikseeritud pingeväljund. Vajaduse korral saab sisendite ja väljundite arvu suurendada, ühendades täiendavaid põhimooduleid. Seade on ümbritatud põrutuskindla plastkorpusega ja varustatud reguleeritavate jalgade, erinevate paigaldusvõimalustega ja külgmiste ühendustega lisamoodulite

ühendamiseks. Käesoleva lõputöö kalorimeetrilistes katsetes kasutati antud lisaseadeldist temperatuuriplokina.



Joonis 3.5 Toiteallikas Phywe

Toiteallikas Phywe (joonis 3.5) on universaalne suure koormusega toiteallikas, mida saab kasutada ka alalisvoolu toiteallikana koolides, laborites ja töökodades. Toiteplokk on ümbristetud löögikindla plastkorpusega. Seadme toe külge kinnitatud osa saab kallutada tagasi, et hoida seadet kallutatud asendis. Kummist jalad tagavad stabiilsuse ja suurema libisemiskindluse, kui seadmed on üksteise peale laotud.

Omab järgmisi tehnilisi näitajaid:

- alalisvooluallikas: stabiliseeritud, reguleeritav alalisvoolu väljundpinge, mis on pidevalt reguleeritav vahemikus 0...18 V;
- reguleeritav voolu piirväärtus vahemikus 0...5 A;
- pidev kaitse lühiste ja väliste pingede eest;
- alternatiivne pingeväljund;
- mitmeastmeline transformaator 2...15 V, galvaaniliselt vooluvõrgust eraldatud;
- täielik kandevõime (5 A), isegi kui samaaegselt toidetakse alalisvooluga;
- lühisvoolukaitse ülevoolukaitselülit. [22]



Joonis 3.6 Energiaplokk Phywe

Energiaplokk Phywe (joonis 3.6) on mikroprotsessoriga juhitav seade, mida kasutatakse mõõtmisperioodi jooksul kulutatud elektrilise võimsuse ja energia mõõtmiseks. Võimsus ja energia kuvatakse kõrvuti asuvatel ekraanidel, mille järgi saab jälgida nende suuruste vahelist seost. Seade mõõdab pinge- ja vooluväärtusi ning seda kasutatakse ka koguvõimsuse ja sageduse arvutamiseks.

Seda kasutatakse energia (Ws või Wh) mõõtmiseks aja (s või h) abil. Kõiki neid väärtusi saab ka kuvada. Sobib mitte ainult pinge, voolu, võimsuse ja energia vaheliste seoste leidmiseks ja tõhususe määramiseks, vaid ka graafiliste või sageduskarakteristikute määramiseks.

Kõik seadmed on ühendatud arvutiga, millel on Phywe tarkvara. Programm ise registreerib näidud ja koostab nende põhjal graafiku. See programm asub töölaual ja kannab nime "Measure" ning pärast selle avamist valitakse vahekaardilt "Gauge" tööriist "Cobra3 Temperature". Siin määrtatakse iga laboratoorse praktikumi jaoks vajalikud mõõteparameetrid. On vaja sisestada kalorimeetrisse termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus või toatemperatuuri väärus, seejärel kalibreerida ja oodata, kuni saavutatakse esialgne temperatuuritasakaal ning alustatakse mõõtmist, vajutades nuppu "Start".

Alustatakse neutraliseerimise, aurustumise või sulatamine protsessi, kui see on lõppenud oodatudkse taas temperatuuritasakaalu. Järgmise sammuna määrtatakse kalorimeetri summaarne soojusmahtuvus, selle leidmiseks lülitatakse sisse energiaploki pingi ning tarbitakse teatud koguses energiat. Seejärel kirjutakse üles järgnevate arvutuste jaoks vajalikuid väärtsused ja oodatakse kolmandat temperatuuritasakaalu. Kui see on saavutatud, lõpetakse kõik mõõtmised, vajutades nuppu "Stop". Seejärel kuvatakse ekraanile graafik.

Samuti tuleb märkida, et iga neutraliseerimise, aurustumis- ja sulamisentalpiate määramise metoodika läbiviimiseks ja väljatöötamiseks tuleb käesolevat kalorimeetri seadet täiendada vajalike tarvikute ja seadmetega, mis on ettenähtud vastava töö jaoks.

3.3 Katsete läbiviimine ja metoodika väljatöötamine neutraliseerimise entalpia määramiseks

Neutraliseerimise entalpia määramise metoodika on välja töötatud Phywe käsiraamatul alusel, mis on koostatud eksperimentaalselt Phywe Cobra 3 seadmel. Käsiraamat kuulub Phywe seadmega kokku.

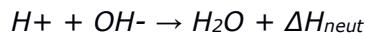
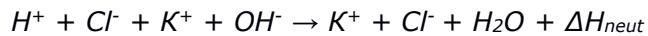
Metoodika väljatöötamise peamine eesmärk on kavandada ja kohandada katsete kulgu, et määrrata neutraliseerimise entalpia Phywe Cobra 3 seadmel. Koostada põhjalik metoodika tehtud katseste ja arvutuste põhjal laboratoorse praktikumi läbiviimise jaoks ja rakendada seda seejärel õppetöös.

Töö eesmärk: määrrata tugeva aluse neutraliseerimise entalpia tugeva happe poolt.

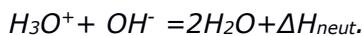
Neutraliseerimise entalpia on soojusefekt, mida võib tähdeldada, kui 1 mol tugevat alust neutraliseerib 1 mol tugevat hapet. Kui vaatleme tugeva happe neutraliseerimise reaktsiooni tugeva alusega, siis on see järgmine:



Kuna komponendid on täielikult dissotsieerunud, on neutraliseerumisreaktsiooni võrrand kujul (iooniline vorm):



Seega toimub tugeva happe neutraliseerimisel tugeva alusega, sõltumata happe aniooni ja aluse katiooni olemusest, sama protsess - vee molekuli moodustumine vesinikioonist ja hüdroksiidioonist. Sama protsess vastab samale termilisele efektile - neutraliseerumisreaktsiooni termilisele efektile ΔH_{neutr} . Õigemini võiks neutraliseerumisreaktsiooni tähistada võrrandiga: [16]

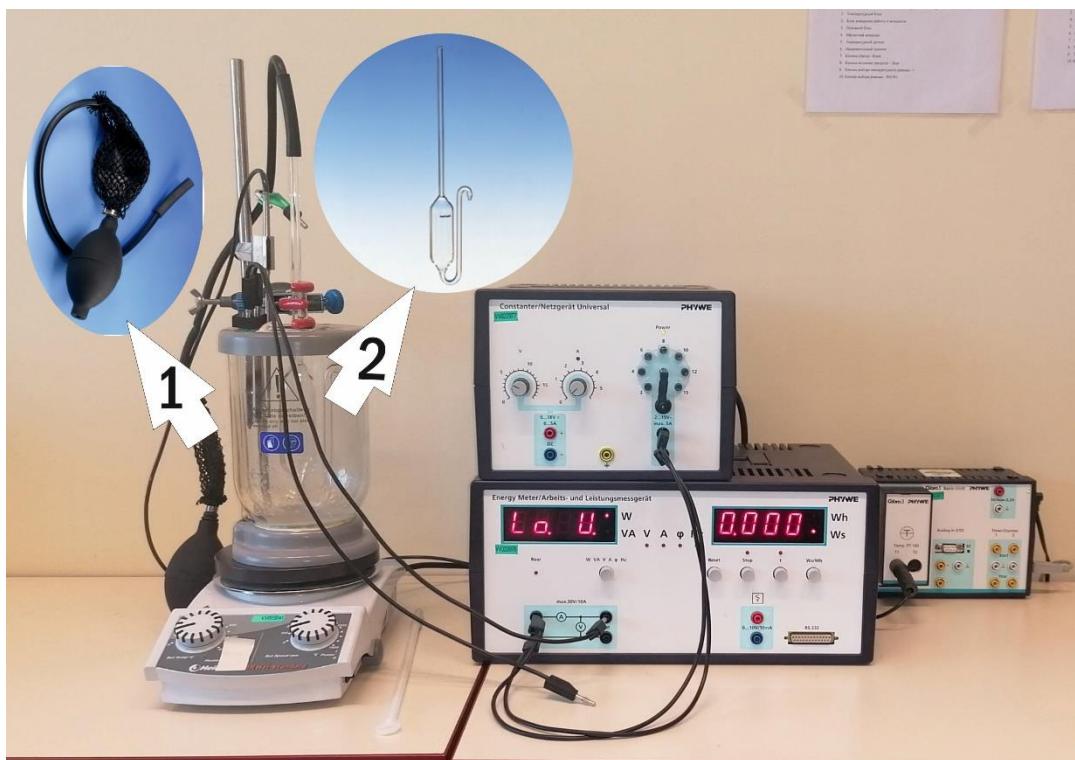


Tugeva happe ja tugeva aluse lahjendatud vesilahuste vahelise neutraliseerumisreaktsiooni molaarne entalpia on alati sama, kuna sidemeid ei ole vaja lõhkuda ja H-O sidemete tekkimine H_2O -s vabastab energiat (sidemete lõhkumine on endotermiline protsess ja sidemete moodustamine on eksotermiline protsess). [23]

$$\Delta H_{neut} = -55,90 \text{ kJ/mol} [23]$$

Seda väärust võrdleme katsete tulemustega, et määrata neutraliseerimise entalpia.

Seadmed, tarvikud ja reaktiivid



Joonis 3.7 Neutraliseerimise entalpia määramise seade

Neutraliseerimise entalpia seade sisaldab joonis 3.3 näidatud seadmeid ning joonis 3.7 näidatud lisatarvikuid.

Lisatarvikud ja seadmed:

- calorimeetriline seade;
- pipett calorimeetri jaoks, 50 ml (**2**);
- pipetipump;
- kummipirn, topelt (**1**);
- vedrukammer, laius 15 mm;
- tehnilised kaalud täpsusega 0,1 g;
- mõõtekolb, 500 ml - 2 tk;
- keeduklaas, 100 ml, kõrge;
- keeduklaas, 600 ml, kõrge;
- arvuti koos tarkvaraga.

Reaktiivid:

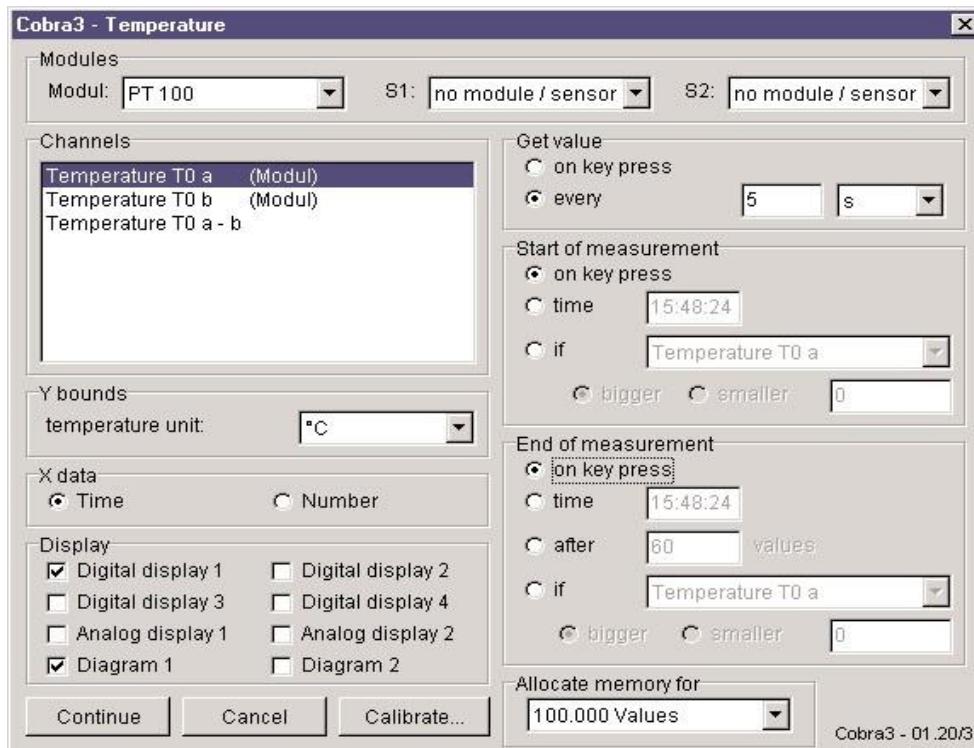
- KOH 2M lahus;
- HCl 2M lahus;
- destilleeritud vesi.

Nende reaktiivide käitlemisel tuleb olla ettevaatlik ja järgida ohutusnõudeid. KOH (lisa 1) ja HCl (lisa 2) ohutuskaardid on lõputöö lisas.

3.3.1 Neutraliseerimise entalpia määramise töökäik

- 1) Panna kokku calorimeetriline seade (joonis 3.7), ühendada temperatuuriandur (6) mõõtmise mooduliga (2). Kütteelemendi (7) töö- ja võimsuse mõõtmise mooduliga ühendust ei nõuta.
- 2) Valmistada KOH ($C_{KOH}=2 \text{ mol/l}$) lahus, viia 1 M KOH fiksanaal 500 ml mõõtekolbi ja täita veega miniskini. Valmistada teises 500 ml mõõtekolvis soolhappe lahus, kasutades selleks 1M HCl fiksanaali täpsse kontsentratsiooniga lahuse valmistamiseks ($C_{HCl}=2 \text{ mol/l}$).
- 3) Käivitada arvuti töölaual programm "Measure", valida vahekaardil "Gauge" tööriistaks "Cobra3 Temperature" ja seadistada mõõtmisparameetrid (joonis 3.8).
- 4) Täita calorimeeter 750 g destilleeritud veega kasutades selleks mõõtsilindrit. Kaaluda lahusti tehnilikatel kaaludel (0,1 g täpsusega) ja asetada veega täidetud calorimeeter magnetsegajale. Tuleb arvestada kadusid.
- 5) Avanevas dialoogiaknas valida jaotuse alt Temperature T0 moodul, seejärel valida Display jaotuse alt Digital display 1 ja avanevas dialoogiaknas valida Temperature T0a. Seejärel panna märk "Diagramm 1" vastas ja valida hüpiaknas Mode jaotuse

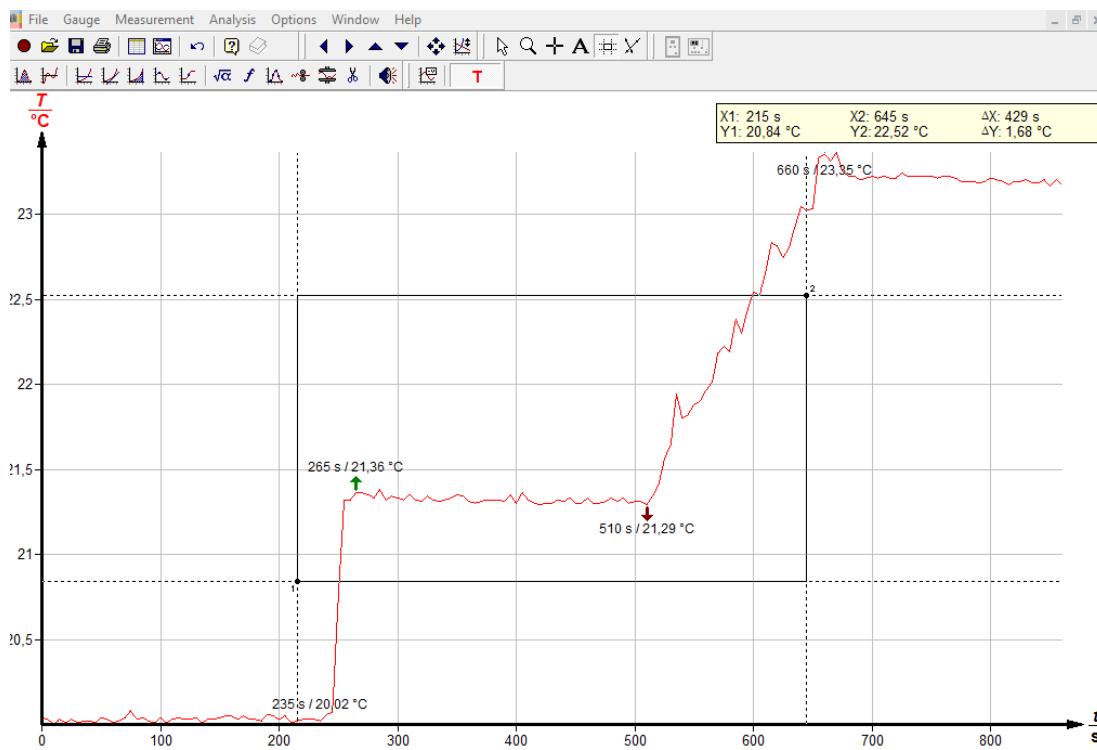
all Auto range ja vajutada OK. Jaotuses Get value panna ajaks 5 sekundit. Vajutada nuppu "Calibrate", sisestada kalorimeetris oleva termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus ilmuvasse dialoogiaknasse ja vajutada nuppu "Calibrate" ning oodata, kuni kalibreerimine on lõpetatud. Kui kalibreerimine on lõpetatud, klõpsata OK ja panna kinni dialoogiaken «Calibrate».



Joonis 3.8 Neutraliseerimise mõõtmise parameetrite seadistused

- 6) Kui kõik seadistused on tehtud, vajutada nuppu "Continue". Avanevas aknas kuvatakse hetkel olev temperatuur, mis viitab et tasakaal on seadistatud.
- 7) Kaaluda 60 g kaaliumhüdroksiidi lahust (täpsus 0,1 g) ja valada see kalorimeetriisse. Kasutades kalorimeetripipetti, millele on kinnitatud pipetipump, võtta kõrgest keeduklaasist (600 ml) umbes 50 ml 2 M HCl. (Asetada pipett (vt joonis 3.7 positsiooni 2) täidetud keeduklaasi vertikaalselt põhja. Pumba abil tõmmata lahus külgotsta kaudu sisse. Jätkata täitmist kuni pipeti ots jäääb lahusest välja). Kalorimeetripipetiga võetud HCl täpne mass arvutatakse täidetud ja tühi kalorimeeteripipeti erinevuse põhjal (täpsus 0,1 g).
- 8) Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis. Asetada pipett kalorimeetri anumasse, kinnitades topeltkummipirn kalorimeetripipeti külge ja pigistada voolik vedruklambriga kinni. Kinnitada pipett statiivi külge nii, et selle ots oleks kalorimeetri vedeliku tasemest kõrgemal ja segisti saaks vabalt pööreda.

- 9) Seadistada kütteelement (7) ja temperatuuriandur (6) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada need käpaga.
- 10) Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Oodata 3-4 minutit ja seejärel pipeteerida HCl kalorimeetris olevasse KOH lahusesse. Jätkata mõõtmist, kuni saavutatakse uus temperatuuritasakaal. Registreerida temperatuur T_2 .
- 11) Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõteseadme (seade 3) toitepinge 10 V peale. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja). Süsteem soojeneb nüüd pidevalt ja seade näitab tarnitud energia kogust W (energiaploki 4 ekraanil), mis on võrdne Q_{cal} .
- 12) Kui temperatuur süsteemis tõuseb umbes 2 °C võrra, registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 4), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada kütmine välja (eemaldada kütteelemendi energiaploki 4 pistikupesast) ja eemaldada pinge seadmest 3. Pärast 3 minutit peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements". Kui mõõtmise on peatatud, kuvatakse töö ajal toimunud temperatuuri muutuse graafik.
- 13) Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt temperatuuri muutuste graafiku (joonis 3.9). Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 ja sundkuumutusaeg, mis on vajalik arvutuste tegemiseks.



Joonis 3.9 Neutraliseerimise entalpia graafik

3.3.2 Neutraliseerimise entalpia andmete töotlemine

Selle metoodika kohaselt viidi läbi viis katset (1 proovikatse ja 4 põhikatset), saadi andmed ja arvutati tulemused. Katsete käigus saadud andmed on esitatud tabelis (tabel 3.1).

Tabel 3.1 Andmed neutraliseerimise entalpia määramiseks

	Proovikatse	Katse 1	Katse 2	Katse 3	Katse 4
$m_{1(H_2O)}$, g	1545,56	1546,02	1545,60	1545,51	1545,47
$m_{2(H_2O)}$, g	796,56	796,52	796,50	796,50	796,72
$m_{(H_2O)}$, g	749,00	749,50	749,10	749,01	748,75
$m_{1(KOH)}$, g	56,68+	58,15+	71,67+	58,96+	52,33+
	60,05	60,05	60,04	60,05	60,02
$m_{2(KOH)}$, g	56,88	58,73	71,93	59,04	52,64
$m_{(KOH)}$, g	59,85	59,83	59,78	59,97	59,71
$m_{1(HCl)}$, g	164,17	164,52	164,49	164,79	164,12
$m_{2(HCl)}$, g	113,54	113,63	113,66	113,56	113,61
$m_{(HCl)}$, g	50,63	50,89	50,83	51,23	50,51
T_1, °C	23,16	23,82	23,38	21,39	20,02
T_2, °C	24,57	25,09	24,75	22,75	21,36
T_3, °C	26,65	27,14	26,82	24,85	23,35
W, J	48,41	47,76	47,47	45,62	45,64
Δt, s	630- 430=200	640- 430=210	610- 455=155	745- 560=185	670- 510=160

Tabel 3.1 kasutatavad tähised:

- **$m_{1(H_2O)}$** – tühja silindri mass + vajalik kogus destilleeritud H_2O , g;
- **$m_{2(H_2O)}$** – tühja silindri mass + destilleeritud H_2O jäagid, g;
- **$m_{1(KOH)}$** – tühja silindri mass + vajalik kogus KOH, g;
- **$m_{2(KOH)}$** – tühja silindri mass + KOH jäagid, g;
- **$m_{1(HCl)}$** – tühja mõõtekolvi + kalerimeetripipeti + vajalikus koguses HCl mass, g;
- **$m_{2(HCl)}$** – tühja mõõtekolvi + kalorimeetripipeti mass, g;
- **T_1** – temperatuuri algväärtus, °C;
- **T_2** – temperatuuri väärthus pärast neutraliseerimisprotsessi lõppu, °C;
- **T_3** – temperatuuri väärthus pärast sundkuumutamist, °C;
- **W** – kütteks kulutatud energia väärthus, J;
- **Δt** – sundkütmise aeg, s.

Neutraliseerimise entalpia leidmise üldvalem on esitatud järgmiselt:

$$\Delta H_n = -\frac{\rho_{HCl}}{c_{HCl} \cdot m_{HCl}} Q_{exp} \quad (3.1)1$$

kus: ΔH_n – molaarne neutraliseerimise entalpia, kJ/mol;

Q_{exp} – neutraliseerimise soojus, kJ;

m_{HCl} – sisestatud HCl mass, g;

c_{HCl} – HCl konsentratsioon (= 2 mol/l);

ρ_{HCl} – HCl tihedus (= 1,0344 g/ml 2 M HCl puhul 20 °C juures).

Neutraliseerumisentalpia leidmiseks sooritatakse alljärgnevad arvutused:

Arvutuste selgeks tegemiseks kasutatakse katse nr 4 andmeid, mille graafik on näidatud joonis 3.9.

- 1) Määräatakse Q_{cal} (elektitöö, J)

$$Q_{cal} = W \cdot \Delta t \quad (3.2)$$

$$Q_{cal} = 45,64 \text{ J} \cdot (670 \text{ s} - 510 \text{ s}) = 7302,4 \text{ J}$$

- 2) Leitakse temperatuuri erinevus (ΔT_{exp}) neutraliseerimisprotsessi ajal

$$\Delta T_{exp} = T_2 - T_1 \quad (3.3)$$

$$\Delta T_{exp} = 21,36 \text{ }^{\circ}\text{C} - 20,02 \text{ }^{\circ}\text{C} = 1,34 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

- 3) Määräatakse temperatuuri erinevus sundkütmine ajal (ΔT_{cal})

$$\Delta T_{cal} = T_3 - T_2 \quad (3.4)$$

$$\Delta T_{cal} = 23,35 \text{ }^{\circ}\text{C} - 21,36 \text{ }^{\circ}\text{C} = 1,99 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

- 4) Arvutatakse neutraliseerimissoojus (Q_{exp} , J), kasutades juba varem leitud elektrilist tööd ja temperatuuri erinevust neutraliseerimise ja sundkütmine vahel

$$Q_{exp} = Q_{cal} \frac{\Delta T_{exp}}{\Delta T_{cal}} \quad (3.5)$$

$$Q_{exp} = 7302,4 \text{ J} \cdot \frac{1,34 \text{ }^{\circ}\text{C}}{1,99 \text{ }^{\circ}\text{C}} = 4917,194 \text{ J}$$

- 5) Leitakse neutraliseerimise entalpia vastavalt valemile (3.1)

$$\Delta H_n = -\frac{1034,4 \text{ g/l}}{2 \text{ mol/l} \cdot 50,51 \text{ g}} \cdot 4917,194 \text{ J} = -50,35 \text{ kJ/mol}$$

Käesoleva töö punktis 3.3 mainiti, et olemasolevat võrdlusväärust $\Delta H_n = -55,90 \text{ kJ/mol}$ tuleb võrrelda iga arvutatud väärusega. Tegemist on 1 kilogrammi massi kohta arvutatud väärusega. Kuna kasutatud lahuse mass on väiksem kui 1 kilogramm, alustatakse tegeliku lahuse massi leidmisenega.

- 6) Määräatakse ΔH_n punktis X m_(lahus). Kui 1 kilogrammi juures on

neutraliseerumisentalpia = -55,90 kJ/mol, siis peaks määrama, milline on entalpia väärus meie tegeliku lahuse massi juures. Selleks tuleb kõigepealt leida saadud lahuse mass

$$m_{(lahus)} = m(H_2O) + m(KOH) + m(HCl) = 748,75 \text{ g} + 59,71 \text{ g} + 50,51 \text{ g} = 858,97 \text{ g}$$

- 7) Järgmise sammuna leitakse võrdlusentalpia neutraliseerumise kohta antud lahuse massi arvestades

$$\Delta H_{nx} = \frac{-55,90 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} \cdot 0,859 \text{ kg}}{1 \text{ kg}} = -48,016 \text{ kJ/mol}$$

- 8) Võrreldakse lahuse massile 858,97 g saadud standardväärust katses saadud andmete põhjal arvutatud neutraliseerumisentalpia väärusega

$$\Delta H_{nx} = -48,016 \text{ kJ/mol, aga } \Delta H_n = -50,35 \text{ kJ/mol}$$

Võrreldes saadud väärust teatmiku väärusega leiti, et arvutatud väärus ei erine märkimisväärsest. Tulemuse õigsuse tagamiseks teostatakse vea arvutus, mida kasutatakse järelduste tegemiseks.

- 9) Vea määramiseks tuleks kasutada järgmist valemit

$$\% = \frac{\Delta H_{teor} - \Delta H_{prak}}{\Delta H_{teor}} \cdot 100 \% \quad (3.6)$$

$$\% = \frac{-48,016 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} + 50,35 \text{ kJ/mol}}{48,016 \text{ kJ/mol}} \cdot 100\% = 4,86 \%$$

Saadud tulemus erineb teatmiku väärusest 4,86% võrra ja seega võib öelda, et tehtud arvutused on õiged.

Kõigi tehtud katsete arvutused on samuti tehtud samm-sammult ja kätsitsi ning selguse huvides sisestatud ja kokkuvõtlikult esitatud lõppväärustena tabelis (tabel 3.2). Toodi välja keskmised väärused, millega arvutati moodustumisentalpia keskmise väärust, mida võrreldi tabelis esitatud andmetega ja määritati hälve.

Tabel 3.2 Neutraliseerimise entalpia arvutamine tehtud katsete põhjal

	Proovikatse	Katse 1	Katse 2	Katse 3	Katse 4	Keskmise väärus
Q_{cal}, J	9682,00	10029,60	7357,85	8439,70	7302,40	8562,31
ΔT_{exp}, °C	1,41	1,27	1,37	1,36	1,34	1,35
ΔT_{cal}, °C	2,08	2,05	2,07	2,1	1,99	2,058
Q_{exp}, J	6563,28	6213,46	4856,45	5465,70	4917,19	5605,02
ΔH_n, kJ/mol	-67,05	-63,15	-49,42	-55,18	-50,35	-57,03
m_(lahus), g	859,48	860,22	859,71	860,22	858,97	859,72
ΔH_{nx}, kJ/mol	-57,62	-54,32	-42,48	-47,47	-48,02	-49,98

Edaspidi võrreldakse saadud lahuse massi keskmist standardväärust, mis on võrdne keskmise massi väärusega 859,72 g, ja eksperimendi käigus saadud andmete põhjal arvutatud neutraliseerumisentalpia keskmist väärust:

$$\Delta H_{nx} = -49,98 \text{ kJ/mol, ja } \Delta H_n = -57,03 \text{ kJ/mol}$$

Võrreldes saadud väärust teatmiku väärusega leitakse, et arvutatud väärus ei erine märkimisväärsest. Tulemuse õigsuse tagamiseks teostatakse vea arvutus, mida kasutatakse järelustete tegemiseks.

Määräatakse arvutatud neutraliseerumisentalpia keskvääruse hälve, kasutades valemit (3.6).

$$\% = \frac{-49,98 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} + 57,03 \text{ kJ/mol}}{49,98 \text{ kJ/mol}} \cdot 100\% = 14,10\%$$

Saadud tulemus erineb teatmiku väärusest 14,10% võrra, mille alusel võib öelda, et tehtud arvutused on õiged. Sellest tulenev ebatäpsus võib olla tingitud seadme ebatäpsest seadistamisest, seadme ebapiisavast tundlikkusest, niiskusest ja muudest välistest teguritest.

3.4 Katsete läbiviimine ja metoodika väljatöötamine puhta aine sulamisentalpia määramiseks

Sulamisentalpia määramise metoodika on välja töötatud Phywe käsiraamatu alusel, mis on koostatud eksperimentaalselt Phywe Cobra 3 seadmel. Käsiraamat kuulub Phywe seadmega kokku.

Metoodika väljatöötamise peamine eesmärk on kavandada ja kohandada katsete kulgu sulamisentalpia määramiseks Phywe Cobra3 seadmel. Koostada põhjalik metoodika tehtud katseste ja arvutuste põhjal laboratoorse praktikumi läbiviimiseks ja rakendada seejärel õppetöös.

Töö eesmärk: määräda puhta aine sulamisentalpia pärast kristalliseerumist ja sellele järgnevat sundkuumutamist.

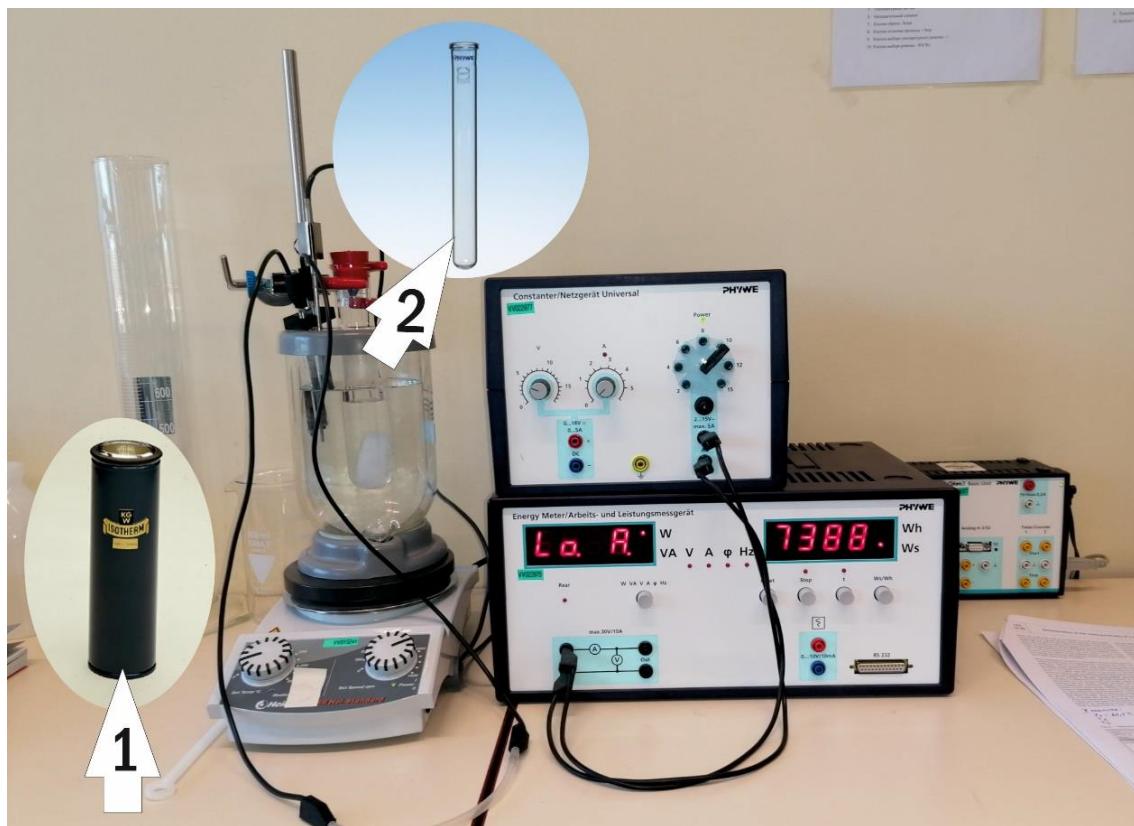
Sulamisentalpia määramiseks kasutati puhta ainena 1,4-dioksaani, mis valiti füüsikaliseemiliste omaduste alusel. Omadused on toodud välja tabelis (tabel 3.3).

Tabel 3.3 1,4-dioksaani füüsikalise-keemilised omadused

Molekulaarne valem	C ₄ H ₈ O ₂
Molaarmass	88,0524 g/mol
Sulamistemperatuur	12 °C
Kristalliseerumise temperatuur	10,5-11,5 °C
Keemistemperatuur	131,7 °C ja 760 mmHg

Katse on ajaliselt piiratud, seetõttu tuleb pöörata tähelepanu aine füüsikalise-keemilistele omadustele, käesoleval juhul kristalliseerumistemperatuurile ja sulamistemperatuurile. Kuna katse nõuab, et aine oleks võimaline ühe tunni jooksul jäätuma, sobib 1,4-dioksaan ideaalselt oma kristalliseeruvate omaduste poolt. Temperatuur, mille juures 1,4-dioksaan hakkab sulama, on samuti ideaalne selle katse jaoks.

Seadmed, tarvikud ja reaktiivid



Joonis 3.10 Puhta aine sulamiseentalpia määramise seade

Sulamisentalpia seade sisaldab joonis 3.3 näidatud seadmeid ning joonis 3.10 näidatud lisatarvikuid.

Lisatarvikud ja seadmed:

- calorimeetriline seade;
- Dewari kolb, 300 ml (**1**);
- katseklaas, d=30 mm, l=200 mm – 2 tk (**2**);
- kummist kork, d=26/32 – 2 tk;
- tehnilised kaalud täpsusega 0,1 g;
- keeduklaas, 100 ml, kõrge;
- pipett;
- arvuti koos tarkvaraga.

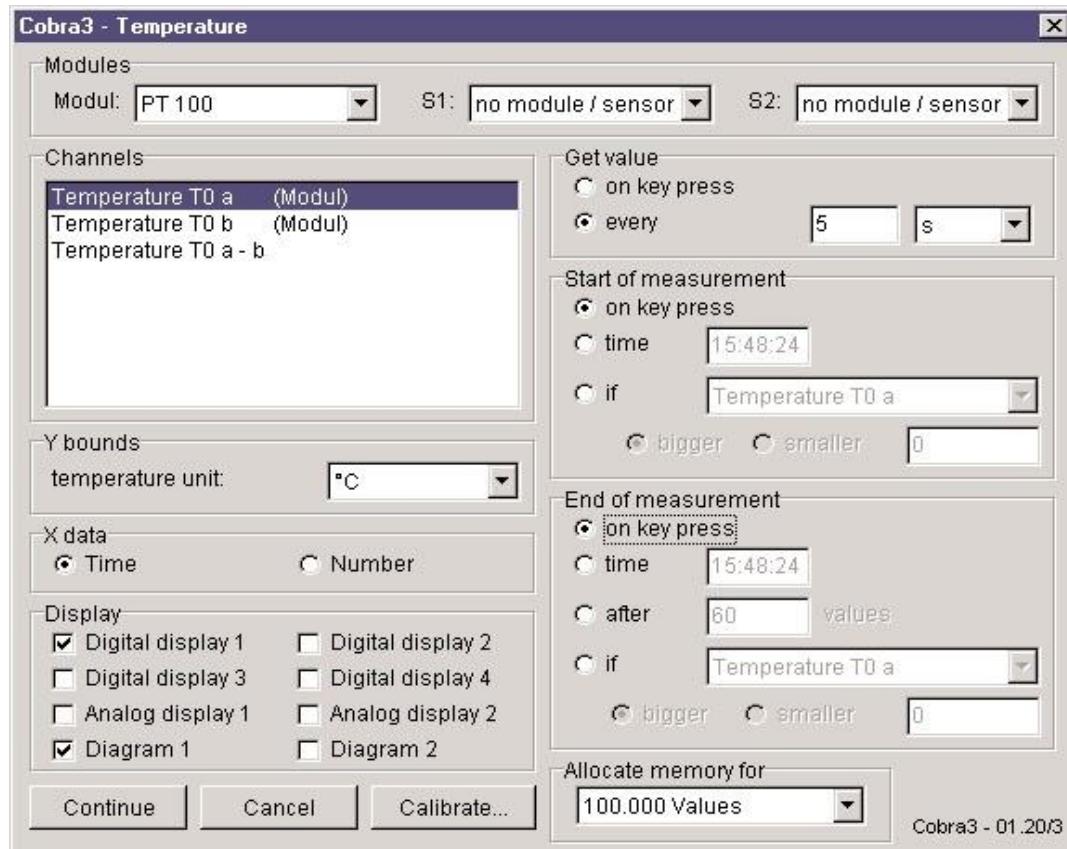
Reaktiivid:

- 1,4-dioksaan, 15 ml;
- Destilleeritud vesi.

Nende reaktiivide käitlemisel tuleb olla ettevaatlik ja järgida ohutusnõudeid. 1,4-dioksaani (lisa 3) ohutuskaart on toodud lõputöö lisas.

3.4.1 Sulamisentalpia määramise töökäik

- 1) Panna kokku calorimeetriline seade (joonis 3.10), ühendada temperatuuriandur (6) mõõtmise mooduliga (2). Kütteelemendi (7) töö- ja võimsuse mõõtmise mooduliga ühendust ei nõuta.
- 2) Kaaluda 44,05 g (0,5 mol) 1,4-dioksaani 30 mm läbimõõduga katseklaasis (täpsusega 0,01 g) ja sulgeda korgiga.
- 3) Täita Dewari kolb jää ja jääveega, asetada 1,4-dioksaani sisalda katseklaas Dewari kolbi jahutavasse segusse ja lasta umbes 1 tund kristalliseeruda.
- 4) Käivitada töölaualt programm "Measure", valida vahekaardil "Gauge" tööriistaks "Cobra3 Temperature" ja seadistada mõõtmisparameetrid vastavalt joonis 3.11.
- 5) Avanevas dialoogiaknas valida jaotuse alt Temperature T0 moodul, seejärel valida Display jaotuse alt Digital display 1 ja avanevas dialoogiaknas valida Temperature T0a. Seejärel panna märk "Diagramm 1" vastas ja valida hüpiaknas Mode jaotuse all Auto range ja vajutada OK. Jaotuses Get value panna ajaks 5 sekundit. Vajutada nuppu "Calibrate", sisestada calorimeetris oleva termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus ilmuvasse dialoogiaknasse ja vajutada nuppu "Calibrate" ning oodata, kuni kalibreerimine on lõpetatud. Kui kalibreerimine on lõpetatud, klõpsata OK ja panna kinni dialoogiaken «Calibrate».



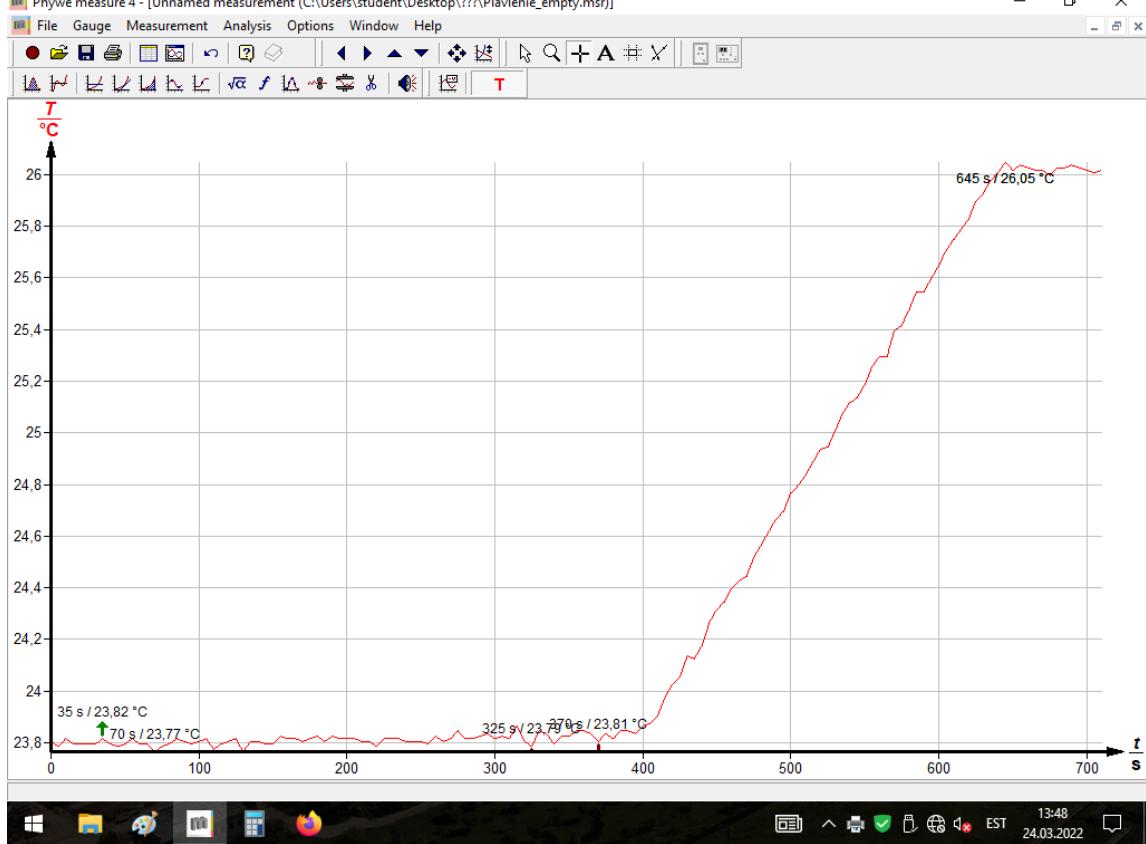
Joonis 3.11 Sulamise mõõtmise parameetrite seadistused

- 6) Kui kõik seadistused on tehtud, vajutada nuppu "Continue". Avanevas aknas kuvatakse keskkonna temperatuur, mis viitab et tasakaal on seadistatud.
- 7) Täita kalorimeeter 850 g destilleeritud veega, kasutades selleks mõõtsilindrit. Kaaluda lahusti tehniliklist kaaludel (0,1 g täpsusega) ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale. Tuleb arvestada kadusid. Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis. Seadistada kütteelement (7) ja temperatuuriandur (6) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada need käpaga.
- 8) Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Oodata 3-4 minutit ja märkida üles T_{1empty} . Tühi katseklaas diameetriga d=30 mm sulgeda korgiga ja asetada kalorimeetrisse. Jätkata mõõtmist umbes 5 minutit, kuni saavutatakse uus temperatuuritasakaal. Registreerida temperatuur T_{2empty} .
- 9) Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõteseadme (seade 3) toitepinge 10 V peale. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja). Süsteem soojendab pidevalt, mida näitab tarnitud energia kogus W (energiaploki 4 ekraanil).
- 10) Jätkata mõõtmist umbes 5 minutit ja seejärel registreerida tarnitud energia kogus

W (plokk 4), vajutades nuppu "Stop". Seejärel lülitada kütmine välja (eemaldada kütteelement energiaploki 4 pistikupesast) ja eemaldada pinge seadmest 3.

- 11) 3 minuti möödudes peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements", registreerida temperatuur T_{3empty} . Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab tarkvara automaatselt temperatuuri muutuste graafiku (joonis 3.12). Leida graafikult temperatuurid T_{1empty} , T_{2empty} , T_{3empty} .
- 12) Tühjendada kalorimeeteri anum ja eemaldada katseklaas.

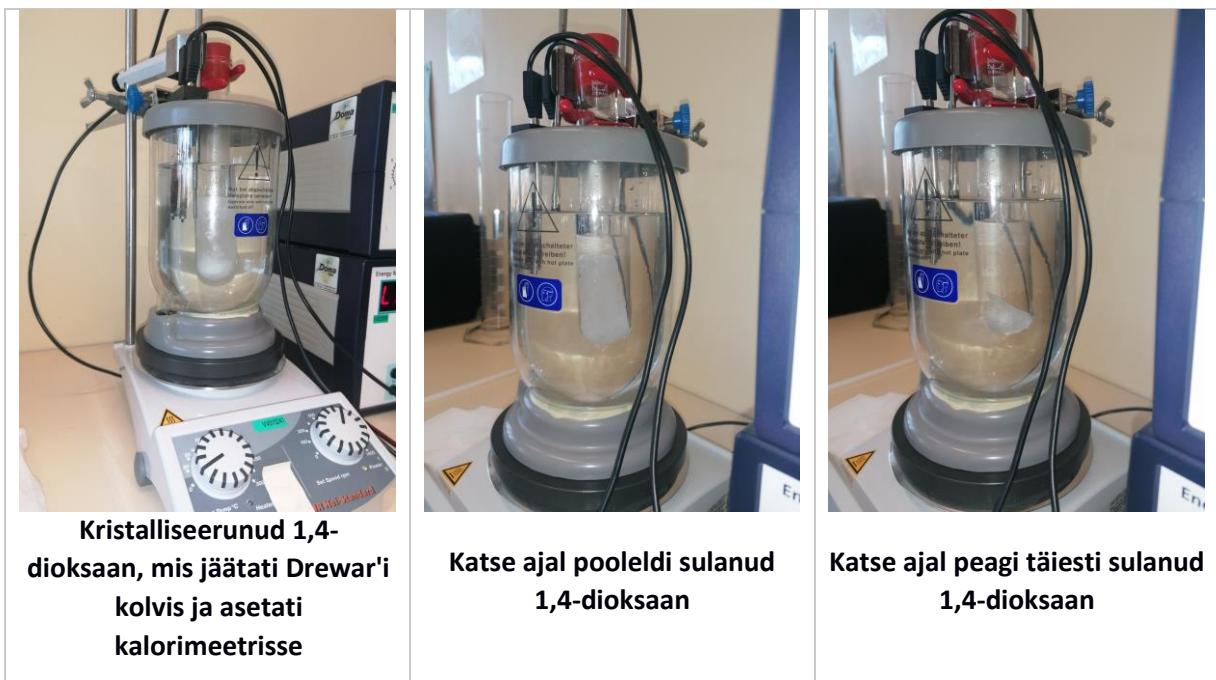
Kuna T_{1empty} ja T_{2empty} ei erine üksteisest oluliselt, on peamised määratavad näitajad temperatuur (T_{3empty}) ja sundkütmise aeg.



Joonis 3.12 Sulamissoojuse graafik tühja katseklaasi kasutamisel

- 13) Jälgida 1,4-dioksaani jäätumise aega. 45 minuti möödumisel täita kalorimeeter 850 g destilleeritud veega kasutades mõõtesilindrit (0,1 g täpsusega) ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale. Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis. Seadistada kütteelement (7) ja temperatuuriandur (6) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada need käpaga.

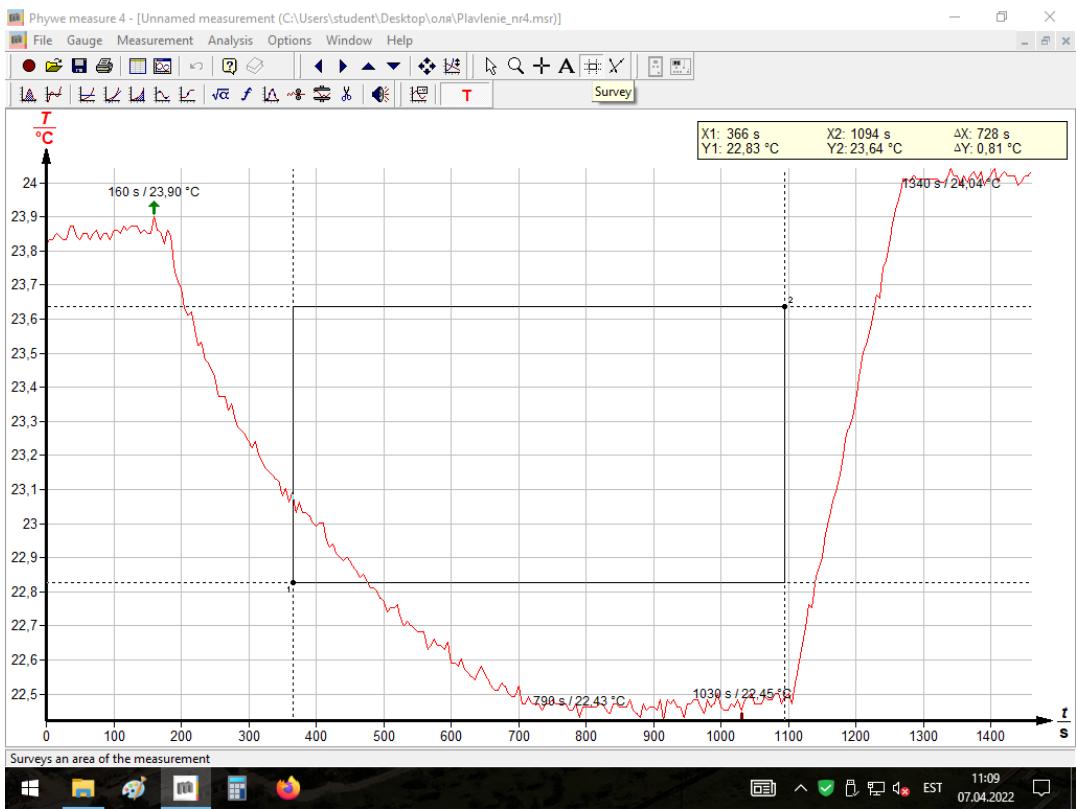
- 14) Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Oodata 3-4 minutit ja registreerida temperatuur T_1 . Seejärel eemaldada 1,4-dioksaani sisalda katseklaasi Dewari kolvist, pühkida kuivaks ja panna kalorimeetrisse. Veetase kalorimeetris peab olema 1 cm kõrgem kui 1,4-dioksaani tase katseklaasis.
- 15) Kui dioksaan on täielikult sulanud ja temperatuuritasakaal on saavutatud, jätkata temperatuuri mõõtmist veel umbes 5 minutit. Registreerida temperatuur T_2 . 1,4-dioksaani sulamisetappe võib täheldada allpool (joonis 3.13).



Joonis 3.13 1,4-dioksaani sulamisetapid

- 16) Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõteseadme (seade 3) toitepinge 10 V peale. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja). Süsteem soojeneb pidevalt, mida näitab tarnitud energia kogus W (energiaploki 4 ekraanil).
- 17) Kui temperatuur süsteemis jõuab algväärtuseni (T_1), siis registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 4), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada välja kütmine (eemaldada kütteelement energiaploki 4 pistikupesast) ja eemaldada pingeseadmest 3.
- 18) Pärast 3 minutit peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements". Kui mõõtmine on peatatud, kuvatakse töö ajal toimunud temperatuuri muutuse graafik.

Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt temperatuuri muutuste graafiku (joonis 3.14). Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 ja sundkuumutusaeg, mis on vajalik arvutuste tegemiseks.



Joonis 3.14 Graafik 1,4-dioksaani sulamisentalpia määramiseks

3.4.2 Sulamisentalpia andmete töötlemine

Selle metoodika kohaselt viidi läbi viis katset (1 proovikatse ja 4 põhikatset), saadi andmed ja arvutati tulemused. Katsete käigus saadud andmed on esitatud tabelis (tabel 3.4).

Tabel 3.4 Andmed sulamisentalpia määramiseks

	Proovikatse	Katse 1	Katse 2	Katse 3	Katse 4
$m_{(H_2O)}$, g	850,12	850,96	850,06	850,80	850,09
$m_{1(1,4\text{-dioksaan})}$, g	114,45+ 44,10	114,45+ 44,10	139,95+ 44,07	139,95+ 44,07	114,45+ 44,08
$m_{2(1,4\text{-dioksaan})}$, g	114,83	114,83	140,111	140,11	114,85
$m_{(1,4\text{-dioksaan})}$, g	43,27	43,27	43,91	43,91	43,68
$T_{1,\text{empty}}$, °C	23,98	23,98	23,98	23,82	23,82
$T_{2,\text{empty}}$, °C	24,01	24,01	24,01	23,79	23,79
$T_{3,\text{empty}}$, °C	27,13	27,13	27,13	26,05	26,05
W_{empty}, J	36,45	36,45	36,45	34,37	34,37
m_{empty}, s	340	340	340	275	275
T_1, °C	24,02	24,14	23,68	23,90	23,57
T_2, °C	22,73	22,64	22,48	22,43	21,67
T_3, °C	24,29	24,37	24,63	24,04	23,71
W, J	36,42	36,28	35,52	34,44	37,12
Δt, s	165	190	400	255	220

Tabel 3.4 - kasutatavad tähised:

- **$m_{(H_2O)}$** – eksperimendi läbiviimiseks vajaliku destilleeritud H_2O mass, g;
- **$m_{1(1,4\text{-dioksaan})}$** – tühja silindri mass ja Dioksaani vajalik kogus, g;
- **$m_{2(1,4\text{-dioksaan})}$** – silindri mass + Dioksaani jäägid, g;
- **$T_{1\text{empty}}$** – algne temperatuur tühja katseklaasi eksperimendi puhul, °C;
- **$T_{2\text{empty}}$** – temperatuur sulatamisprotsessi lõpus koos tühja katseklaasiga, °C;
- **$T_{3\text{empty}}$** – temperatuur sundkuumutusprotsessi lõpus tühja katseklaasi puhul, °C;
- **W_{empty}** – sundkütteenergia tühja katseklaasiga, J;
- **Δt_{empty}** – sundkütmise aeg tühja katseklaasiga, s;
- **T_1** – algne temperatuur 1,4-Dioksaani sulamisprotsessi käigus, °C;
- **T_2** – temperatuur sulatamisprotsessi lõpus, °C;
- **T_3** – temperatuur sundkuumutusprotsessi lõpus, °C;
- **W** – sundkütteenergia, J;
- **Δt** – sundkütmise aeg, s.

Sulamisentalpia arvutamise üldvalem:

$$\Delta H = \frac{Q}{n} \quad (3.7)$$

kus: n – kogus, mol;

ΔH – molaarne sulamisentalpia, kJ/mol ;

Q – sulamissoojus, J .

Sulamisentroopia arvutamise üldvalem:

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{TF} \quad (3.8)$$

kus: ΔS – sulamisentroopia, $\text{J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$;

$TF = 284,9 \text{ K}$.

Sulamisentalpia leidmiseks sooritatakse alljärgnevad arvutused:

Arvutuste tegemiseks kasutatakse katse nr 3 andmeid, mille graafik on joonis 3.14.

- 1) W_{empty} määratakse valemiga (3.2), mis on vajalik tulevase Q_{empty} leidmiseks

$$W_{empty} = W_{empty} \cdot \Delta t_{empty} = 34,37 \text{ J} \cdot 275 \text{ s} = 9415,75 \text{ Js}$$

- 2) Arvutatakse ΔT_{empty} , mis leitakse valemi (3.3) abil:

$$\Delta T_{empty} = T_{1empty} - T_{2empty} = 23,82 \text{ s} - 23,79 \text{ s} = 0,03 \text{ s}$$

- 3) Leitakse ΔT_{cal} valemiga (3.4):

$$\Delta T_{cal} = T_{3empty} - T_{2empty} = 26,05 \text{ s} - 23,79 \text{ s} = 2,26 \text{ s}$$

- 4) Eelnevate arvutuste põhjal määratakse Q_{empty} . Selle väärtsuse leidmiseks kasutatakse valemit (3.5):

$$Q_{empty} = W_{empty} \cdot \frac{\Delta T_{empty}}{\Delta T_{cal}} = 9415,75 \text{ J} \cdot \frac{0,03 \text{ s}}{2,26 \text{ s}} = 124,98 \text{ J}$$

- 5) Arvutatakse W_{el} , kasutades valemit (3.2) Q_{empty} leidmiseks

$$W_{el} = W \cdot \Delta t = 34,44 \text{ J} \cdot 255 \text{ s} = 8782,20 \text{ J}$$

- 6) Määratakse ΔT_{exp} , mis leitakse valemi (3.3) kasutamisel

$$\Delta T_{exp} = T_1 - T_2 = 23,90 \text{ s} - 22,43 \text{ s} = 1,47 \text{ s}$$

- 7) Järgmisena arvutusteks ΔT_{cal} valemiga (3.4)

$$\Delta T_{cal} = T_3 - T_2 = 24,04 \text{ s} - 22,43 \text{ s} = 1,61 \text{ s}$$

- 8) Teades kõiki vajaminevaid väärtsusi leitakse Q_{exp} . Selle leidmise jaoks on vaja kasutada valemit (3.5)

$$Q_{exp} = W_{el} \cdot \frac{\Delta T_{exp}}{\Delta T_{cal}} = 8782,20 \text{ J} \cdot \frac{1,47 \text{ s}}{1,61 \text{ s}} = 8018,53 \text{ J}$$

9) Arvutatakse soojushulk Q kasutades alljärgnevat valemit

$$Q = Q_{\text{exp}} - Q_{\text{empty}} \quad (3.9)$$

$$Q = 8018,53 \text{ J} - 124,98 \text{ J} = 7893,55 \text{ J}$$

10) Järgvelat leitakse 1,4-dioksaani molarv. $M_{(1,4-\text{dioksaan})} = 88,0524 \text{ g/mol}$ (tabel 3.3), ja võetakse arvutamiseks mass $m_{(1,4-\text{dioksaan})}$ (tabel 3.4) (katse 3)

$$n = \frac{m}{M} = \frac{43,91 \text{ g}}{88,0524 \text{ g/mol}} = 0,499 \text{ mol}$$

11) Määratakse sulamisentalpia, kasutades valemit (3.7)

$$\Delta H = \frac{Q}{n} = \frac{7893,55 \text{ J}}{0,499 \text{ mol}} = 15818,74 \text{ J/mol}$$

Võrreldakse tabelis esitatud sulamisentalpiat $\Delta H = 13,6 \text{ kJ/mol}$ arvutatud väärusega $\Delta H = 15,8 \text{ kJ/mol}$. Võrreldes saadud väärust teatmiku väärusega leiti, et arvutatud väärus ei erine oluliselt. Tulemuse õigsuse tagamiseks teostatakse vea arvutus, mida kasutatakse järedustele tegemiseks.

12) Vea määramiseks kasutatakse järgmist valemit (3.6)

$$\% = \frac{13,6 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} - 15,8 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}}{13,6 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}} \cdot 100\% = 16,18\%$$

Saadud tulemus erineb teatmiku väärusest 16,18% võrra. Veamarginaal on üle 10 %, mis on arvutuste puhul piisavalt suur hälve.

13) Järgmisena määratakse sulamisentroopia valemi (3.8) abil.

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{T_F} = \frac{15818,74 \text{ J/mol}}{284,9 \text{ K}} = 55,52 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$$

Võrreldakse tabelis esitatud sulamisentalpiat $\Delta S = 47,7 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$ arvutatud väärusega $\Delta S = 55,52 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$. Võrreldes saadud väärust teatmiku väärusega leiti, et arvutatud väärus ei erine oluliselt. Tulemuse õigsuse tagamiseks teostatakse vea arvutus, mida kasutatakse järedustele tegemiseks.

14) Vea määramiseks kasutatakse valemit (3.6)

$$\% = \frac{47,7 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}} - 55,52 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}}{47,7 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}} \cdot 100\% = 16,4\%$$

Saadud tulemus erineb teatmiku väärusest 16,4% võrra. Veamarginaal on üle 10 %, mis näitab küllaltki suurt hälvet.

Kõigi tehtud katsete arvutused on samuti tehtud samm-sammult ja käsitsi ning selguse huvides sisestatud ja kokkuvõtlikult esitatud lõppväärustestena tabelis (tabel 3.5). Toodi välja keskmised väärused, millega arvutati sulamisentalpia ja sulamisentroopia

keskmised väärтused, mida võrreldi tabelis esitatud andmetega ja määrati hälve.

Tabel 3.5 Sulamisentalpia ja entroopia arvutamise tulemused tehtud katsete põhjal

	Proovikatse	Katse 1	Katse 2	Katse 3	Katse 4	Keskmine väärтus
W_{empty}, J	12393	12393	12393	9415,75	9415,75	11202,1
ΔT_{expempty}, °C	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
ΔT_{calempty}, °C	3,12	3,12	3,12	2,26	2,26	2,776
Q_{empty}, J	119,16	119,16	119,16	124,98	124,98	121,488
W_{el}, J	6009,30	6893,20	14208	8782,20	8166,40	8811,82
ΔT_{exp}, °C	1,29	1,5	1,2	1,47	1,9	1,472
ΔT_{cal}, °C	1,56	1,73	2,15	1,61	2,04	1,818
Q_{exp}, J	4969,23	5976,76	7930	8018,53	7605,96	7134,76
Q, J	4850	5857,60	7810,88	7893,55	7480,98	7013,27
n, mol	0,491	0,491	0,4987	0,499	0,496	0,49514
ΔH, kJ/mol	9,878	11,930	15,662	15,82	15,08	14,164
ΔS, J/(mol·K)	34,67	41,87	54,975	55,52	52,94	49,716

Järgnevalt võrreldakse saadud keskmist sulamisentalpia ΔH väärтust, mis määrati arvutuste abil, saadud eksperimentaalsete andmetega millest selgub, et see on

$$\Delta H_{kesk} = 14,164 \text{ kJ/mol} \text{ võrdlusväärтusele } \Delta H_{sul} = 13,6 \text{ kJ/mol ligilähedane.}$$

Määрatakse arvutatud sulamisentalpia keskväärтuse hälve, kasutades valemit (3.6):

$$\% = \frac{13,6 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} - 14,164 \text{ kJ/mol}}{13,6 \text{ kJ/mol}} \cdot 100\% = 4,14 \%$$

Saadud keskmine väärтus, mis on arvutatud katseandmete põhjal, erineb teatmiku väärтusest 4,14% võrra. Leitud sulamisentalpia keskmisest väärтusest tulenev hälve on väiksem kui üksiku katse põhjal leitud hälve.

Järgmisena võrreldakse eksperimentaalsete andmete põhjal arvutatud sulamisentropia ΔS keskmist väärтust teatmiku väärвusega. Sulamisentropia saadud väärтus on $\Delta S_{kesk}=49,716 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ ja teatmiku väärтus $\Delta S_{sul}=47,7 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$.

Määрatakse arvutatud sulamisentropia keskväärтuse hälve, kasutades valemit (3.6):

$$\% = \frac{47,7 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}} - 49,716 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}}{47,7 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}} \cdot 100\% = 4,23 \%$$

Katseandmete põhjal arvutatud keskmise väärthus erineb teatmiku väärthusest 4,23 % võrra. Leitud sulamisentropia keskmisest väärthusest tulenev hälve on väiksem kui üksiku katse põhjal leitud hälve.

Väikesed vead võivad olla tingitud seadme ebatäpsest seadistamisest, seadme ebapiisavast tundlikkusest, ruumi niiskusest ja muudest välistest teguritest.

3.5 Katsete läbiviimine ja meetodika väljatöötamine aurustumisentalpia määramiseks

Aurustumisentalpia määramise metoodika on välja töötatud Phywe käsiraamatu alusel, mis on koostatud eksperimentaalselt Phywe Cobra 3 seadmel. Käsiraamat kuulub Phywe seadmetega kokku.

Metoodika väljatöötamise peamine eesmärk on kavandada ja kohandada katsete kulgu aurustumisentalpia määramiseks Phywe Cobra3 seadmel. Koostada põhjalik metoodika tehtud katseste ja arvutuste põhjal laboratoorse praktikumi läbiviimiseks ja rakendada seejärel õppetöös.

Töö eesmärk: määräta vedeliku aurustumisentalpia vaakumpumba ja sellele järgneva sundkuumutamise abil.

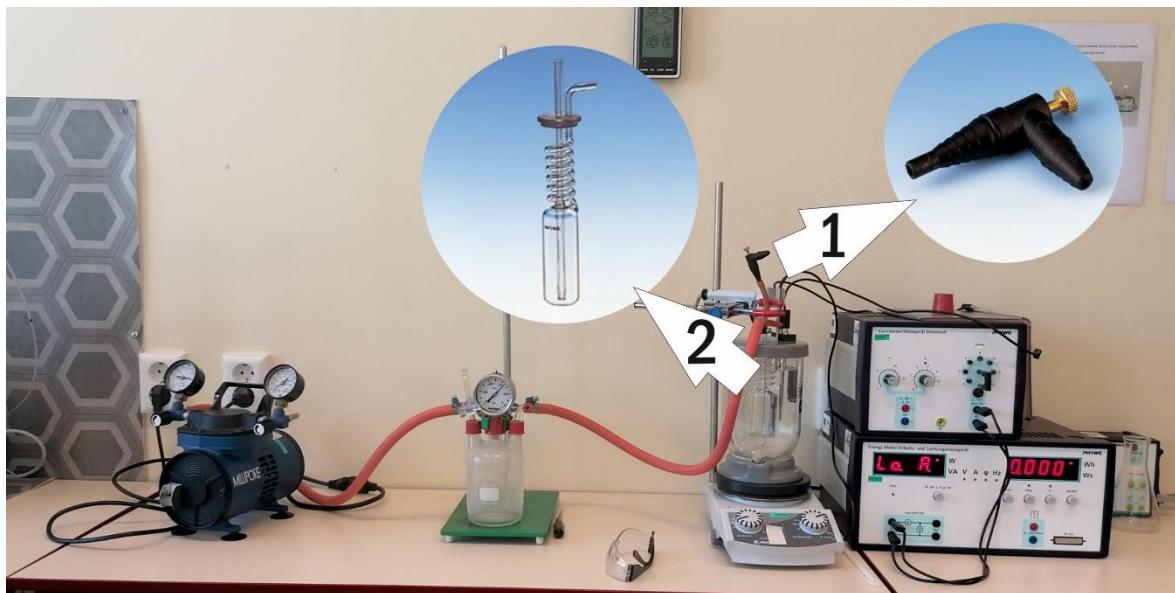
Katse on ajaliselt piiratud, seetõttu tuleb pöörata tähelepanu aine füüsikalise-keemilistele omadustele, käesoleva töö raames ka keemistemperatuurile. Esialgu katsetati määräta isopropüülalkoholi aurustumisentalpia. Protsess kulges väga aeglaselt, mistõttu otsustati füüsikalise-keemiliste omaduste põhjal teha katse, kasutades aurustumisvedelikuna dietüüleetrit. Dietüüleetri keemistemperatuur on pea 2,5 korda madalam kui isopropüülalkoholi oma, mis sobis omaduste poolt antud katse jaoks paremini. Edasistes katsetes ja hilisemates arvutustes kasutati aurustumisvedelikuna dietüüleetrit.

Allpool (tabel 3.6) on esitatud dietüüleetri ja võrdluseks isopropüülalkoholi füüsikalise-keemilised omadused.

Tabel 3.6 Dietüüleeteri ja isopropüülalkoholi füüsikalise-keemilised omadused

	Dietüüleeter	Isopropüülalkohol
Brutovalem	C₄H₁₀O	C₃H₈O
Molaarmass, kg/mol	74,123	60,096
Sulamistemperatuur, °C	-116,3	-87,87
Keemistemperatuur normaalröhul, °C	34,43	82,26
Kriitiline temperatuur, °C	193,55	235,16

Seadmed, tarvikud ja reaktiivid



Joonis 3.15 Vedeliku aurustumisentalpia määramise seade

Aurustumisentalpia seade sisaldab joonis 3.3 näidatud seadmeid ning joonis 3.15 näidatud lisatarvikuid.

Lisatarvikud ja seadmed:

- calorimeetriline seade;
- calorimeetri aurustumisreservuaar (**2**);
- laboratoorne statiiv, $h=500$ mm;
- tehnilised kaalud täpsusega 0,1 g;
- kaitseanum koos manomeetri ja 3-suunalise ventiiliga;
- vaakumpump;
- keeduklaas, 500 ml;
- keeduklaas, 50 ml;
- vaakumkummitorud, $d=6$ mm;
- kummitorud, $d=6$ mm;
- kummiotsikud;
- toruklamber, $d=12\dots20$ mm – 5 tk;
- õhureguleerimisventiill (**1**);
- süstal, 20 ml;
- süstlanõel, 0.9x70 mm;
- kruvikeeraja;

- arvuti tarkvaraga.

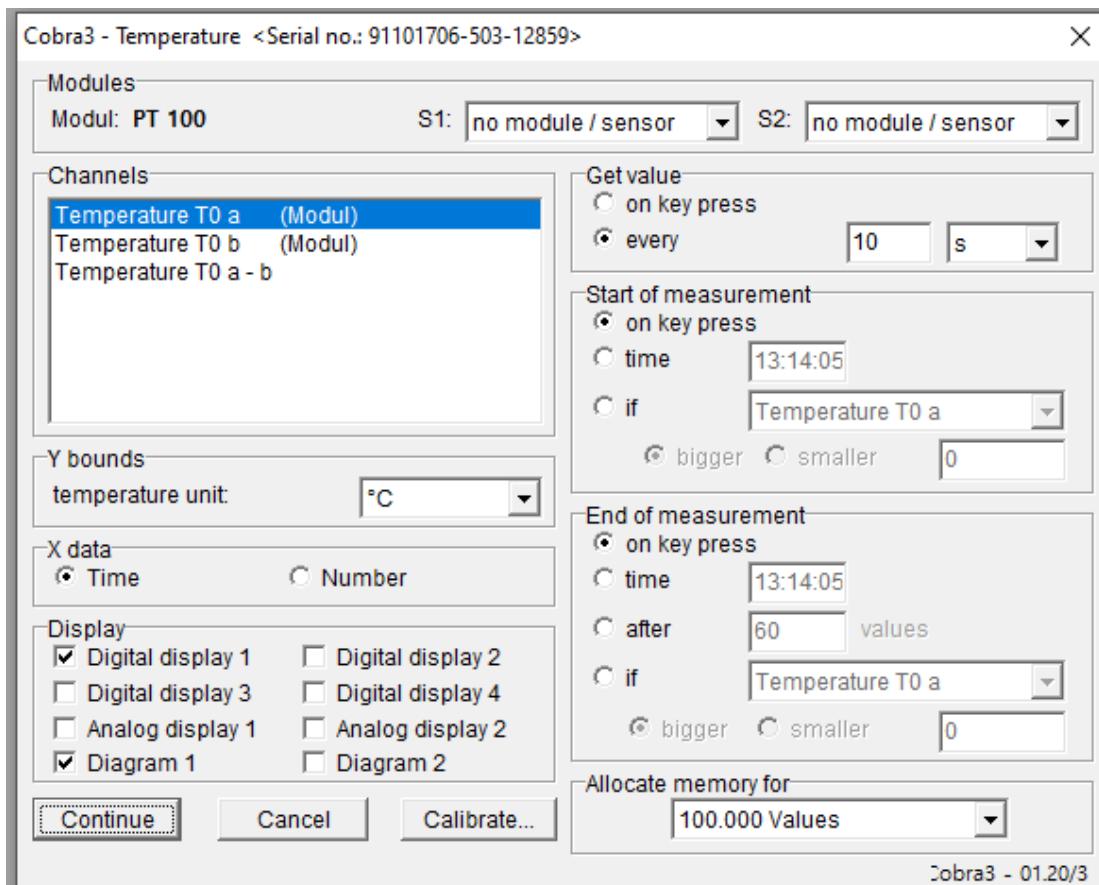
Reaktiivid:

- Dietüüleeter, 15 ml;
- Destilleeritud vesi.

Nende reaktiivide käitlemisel tuleb olla ettevaatlik ja järgida ohutusnõudeid. Dietüüleeter (lisa 7) ohutuskaart on lõputöö lisades.

3.5.1 Aurustumisentalpia määramise töökäik

- 1) Panna kokku kalorimeetriline seade (joonis 3.15), ühendada temperatuurianduri (6) temperatuuri mõõtmise mooduliga (2) Kütteelemendi (7) töö- ja võimsuse mõõtmise mooduliga ühendust ei nõuta.
- 2) Täita kalorimeeter 900 g destilleeritud veega kasutades selleks mõõtesilindrit. Kaaluda lahusti teniliklist kaaludel (täpsusega 0,1 g) ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale. Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja reguleerida segisti kiiruseks 500 pööret minutis. Seadistada kütteelement (7) ja temperatuuriandur (6) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada need käpaga.
- 3) Käivitada töölaual programm "Measure", valida vahekaardil "Gauge" tööriistaks "Cobra 3 Temperature" ja seadistada mõõtmisparameetrid (joonis 3.16).

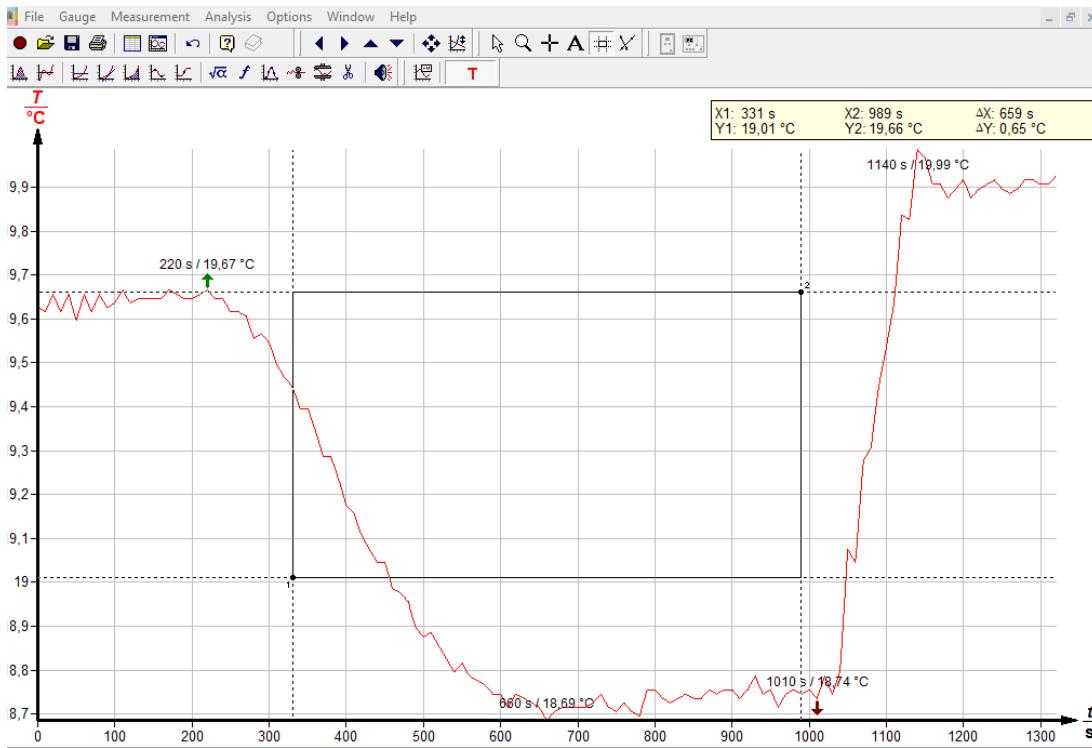


Joonis 3.16 Aurustumise mõõtmise parameetrite seadistused

- 4) Avanevas dialoogiaknas valida jaotuse alt Temperature T0 moodul, seejärel valida Display jaotuse alt Digital display 1 ja avanevas dialoogiaknas valida Temperature T0a. Seejärel panna märk "Diagramm 1" vastas ja valida hüpiaknas Mode jaotuse all Auto range ja vajutada OK. Jaotuses Get value panna ajaks 5 sekundit. Vajutada nuppu "Calibrate", sisestada kalorimeetris oleva termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus ilmuvasse dialoogiaknasse ja vajutada nuppu "Calibrate" ning oodata, kuni kalibreerimine on lõpetatud. Kui kalibreerimine on lõpetatud, klõpsata OK ja panna kinni dialoogiaken «Calibrate».
- 5) Kui kõik seadistused on tehtud, vajutada nuppu "Continue". Avanevas aknas kuvatakse keskkonna temperatuur ning toimub temperatuuritasakaalu seadistamine.
- 6) Keeduklaasis kaaluda aurustumisreservuaar koos sellele kinnitatud: oranži värvil kummist toruga, läbipaisteva kummist toru ja klambriga ning õhureguleerimisventiiliga.
- 7) Seejärel kinnitada läbipaistev klambriga toru mahuti küljel oleva avause külge. Võtta süstlagi 15 ml dietüüleetrit ja süstida aurustumisreservuaari läbi oranži toru. Pärast eetri sisestamist mahutisse kinnitada ülatoru külge õhureguleerimisventiililt.
- 8) Dietüüleetriga täidetud aurustumisreservuaar tuleb uuesti kaaluda.

- 9) Asetada aurustumisreservuaar kalorimeetrisse ja kinnitada see käpa abil. Eemaldada läbipaistev klambriga toru ja ühendada reservuaar vaakumvoolikuga pumba külge. Ohutuse tagamiseks seadistada pumba ja kalorimeetri vaheline kaitseanum koos manomeetriga.
- 10) Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Veenduda, et temperatuuritasakaal on saavutatud, märkida üles T_1 .
- 11) Lülitada pump sisse, keerata 3-suunaline ventiil soovitud asendisse ja käivitada aurustumisprotsess, avades väga ettevaatlikult kontrollventiili. Vältida tugevat pritsimist ja keemist. Veenduda, et rõhumõõturi näit oleks -400 hPa piires.
- 12) Kui temperatuur on langenud umbes 1 °C võrra, sulgeda kontrollventiil, lülitada pump välja (lasta õhk kaitseanumasse!). Koheselt eemaldada vaakumtoru aurustumisreservuaari õhu väljalasketoru küljest ja asendada see läbipaistva, klambriga varustatud toruga ning sulgeda.
- 13) Jätkata süsteemi temperatuuri mõõtmist kuni uue tasakaalu saavutamiseni ja registreerida temperatuur T_2 .
- 14) Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõteseadme (seade 3) toitepinge 10 V peale.
- 15) Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja). Süsteem soojendab nüüd pidevalt ja seade näitab tarnitud energia kogust W (energiaploki 4 ekraanil).
- 16) Jätkata mõõtmist kuni 4000 Ws tarbimiseni, registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 4), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada välja kütmine (eemaldada kütteelement energiaploki 4 pistikupesast) ja eemaldada pingi seadmel 3.
- 17) 3 minuti pärast peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements". Kui mõõtmise on peatatud, kuvatakse töö ajal toimunud temperatuuri muutuse graafik.
- 18) Võtta välja aurustumisreservuaar, kuivatada salvrätikutega, asetada keeduklaasi ja kaaluda kõigi lisatarvikutega uuesti.

Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt temperatuuri muutuste graafiku (joonis 3.17). Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 ja sundkuumutusaeg, mis on vajalik arvutuste tegemiseks.



Joonis 3.17 Graafik dietüüleetri aurustumisentalpia määramiseks

3.5.2 Aurustumisentalpia andmete töötlemine

Selle metoodika kohaselt viidi läbi viis katset (1 proovikatse ja 4 põhikatset), saadi andmed ja arvutati tulemused. Katsete käigus saadud andmed on esitatud tabeline (tabel 3.7).

Tabel 3.7 Andmed dietüüleetri aurustumisentalpia määramiseks

	Proovikatse	Katse 1	Katse 2	Katse 3	Katse 4
$m_{(H_2O)}$, g	900,07	900,17	900,04	900,63	900,00
m_1(eeter), g	100,11	99,79	99,78	99,81	99,81
m_2(eeter), g	110,78	110,71	111,06	110,76	112,76
m_3(eeter), g	100,65	99,90	100,13	100,70	99,84
m(eeter), g	10,13	10,81	10,93	10,40	10,92
T_1, °C	21,66	20,05	20,05	22,84	19,67
T_2, °C	20,74	19,16	19,06	21,79	18,74
T_3, °C	21,83	20,34	20,24	23,02	19,99
W_s, J	4043	4046	4035	4485	4047
W, J	34,17	35,22	33,48	42,23	43,07
Δt, s	140	170	140	130	130

Tabel 3.7 kasutatavad tähisid:

- **$m_{1(\text{eeter})}$** – aurustumisreservuaar+voilik+klaamber+ventiil+eeter, g;
- **$m_{2(\text{eeter})}$** – aurustumisreservuaar+voilik+klaamber+ventiil, g;
- **$m_{3(\text{эфир})}$** – aurustumisreservuaar+voilik+klaamber+ventiil+eetri jäägid, g;
- **T_1** – algne temperatuur, °C;
- **T_2** – temperatuur aurustumise protsessi lõpus, °C;
- **T_3** – temperatuur sundkuumutusprotsessi lõpus, °C;
- **W_s** – sundkütteenergia sekundis, J;
- **W** – sundkütteenergia, J;
- **Δt** – sundkütmise aeg, s.

Aurustumisentalpia arvutamise üldvalem:

$$\Delta vH = \Delta vS \cdot T_v \quad (3.10)$$

kus: ΔvS – aurustumisentroopia, J/(mol·K);

ΔvH – aurustumisentalpia, kJ/mol;

ΔT_v – keemistemperatuur, °C

Aurustumisentroopia arvutamise üldvalem:

$$\Delta vS = \frac{\Delta vH}{T_v} \quad (3.11)$$

Aurustumisentalpia leidmiseks sooritatakse alljärgnevad arvutused:

Arvutuste selgeks tegemiseks kasutatakse katse nr 4 andmeid, mille graafik on näidatud joonis 3.17.

1) Leida temperatuuri erinevus süsteemi kütmisel, kasutades valemit (3.4)

$$\Delta T_{el} = T_2 - T_3 = 18,74 \text{ } ^\circ\text{C} - 19,99 \text{ } ^\circ\text{C} = -1,25 \text{ } ^\circ\text{C}$$

2) Arvutada temperatuuri erinevus aurustumisprotsessi käigus, kasutades valemit (3.3)

$$\Delta T_v = T_1 - T_2 = 19,67 \text{ } ^\circ\text{C} - 18,74 \text{ } ^\circ\text{C} = 0,93 \text{ } ^\circ\text{C}$$

3) Määräta sundkütte energiatarbimine, kasutades valemit (3.2)

$$W_{el} = W \cdot \Delta t = 43,07 \text{ J} \cdot 130 \text{ s} = 5599,10 \text{ J}$$

4) Leida dietüüleetri aurustumisentalpia. Arvutamiseks kasutada tabel 3.6 esitatud molaarmassi väärust ja tabel 3.7 arvutatud dietüüleetri massi väärust

$$\Delta H = - W_{el} \cdot \frac{\Delta T_v}{\Delta T_{el}} \cdot \frac{M}{m} \quad (3.12)$$

$$\Delta H = -5599,10 \text{ J} \cdot \frac{0,93 \text{ }^{\circ}\text{C}}{(-1,25 \text{ }^{\circ}\text{C})} \cdot \frac{\frac{74,123 \text{ g}}{\text{mol}}}{10,92 \text{ g}} = 28276,23 \text{ J/mol}$$

Võrrelda dietüüleetri aurustamisentalpia teatmiku väärust $\Delta H=25,6 \text{ kJ/mol}$ arvestatud entalpia väärusega $\Delta H=28,28 \text{ kJ/mol}$. Võrreldes saadud väärust teatmiku väärusega leiti, et arvutatud väärus ei erine märkimisväärsest. Tulemuse õigsuse tagamiseks teostatakse vea arvutus, mida kasutatakse järelduste tegemiseks.

Vea määramiseks tuleb kasutada järgmist valemit (3.6)

$$\% = \frac{25,6 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} - 28,8 \text{ kJ/mol}}{25,6 \text{ kJ/mol}} \cdot 100\% = 12,5 \%$$

Saadud tulemus erineb teatmiku väärustest 12,5 % võrra. Veamarginaal on üle 10 %, mis on piisavalt suur hälve.

5) Leida dietüüleetri aurustamisentroopia. Arvutamiseks tuleb kasutada dietüüleetri keemistemperatuuri väärust $T_{keem}=307,7 \text{ K}$ ja selle jaoks peab kasutama järgmist valemit (3.11)

$$\Delta S = \frac{28276,23 \text{ J/mol}}{307,7 \text{ K}} = 91,90 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}$$

Analüüsotakse dietüüleetri aurustamisentroopia teatmiku väärust $\Delta S=83,2 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$ ja arvutatud entroopia väärust $\Delta S=91,9 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$. Võrreldes saadud väärust teatmiku väärusega leiti, et arvutatud väärus ei erine märkimisväärsest. Tulemuse õigsuse tagamiseks teostatakse vea arvutus, mida kasutatakse järelduste tegemiseks.

Vea määramiseks tuleb kasutada järgmist valemit (3.6)

$$\% = \frac{83,2 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}} - 91,9 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}}{83,2 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}}} \cdot 100\% = 10,45\%$$

Saadud tulemus erineb teatmiku väärustest 10,45% võrra. Veamarginaal on üle 10 %, mis on piisavalt suur hälve arvutuste jaoks.

Kõigi tehtud katsete arvutused on samuti tehtud samm-sammult ja kätsitsi ning selguse huvides sisestatud ja kokkuvõtlikult esitatud lõppväärustena tabel 3.8.

Toodi välja keskmised väärused, millega arvutati moodustumisentalpia keskmise väärus, mida võrreldi tabelis esitatud andmetega ja määratati hälve.

Tabel 3.8 Katsete põhjal saadud aurustumisentalpia ja entroopia arvutustulemused

	Proovikatse	Katse 1	Katse 2	Katse 3	Katse 4	Keskmise väärtus
ΔT_{el}, °C	-1,09	-1,18	-1,18	-1,23	-1,25	-1,186
ΔT_v, °C	0,92	0,89	0,99	1,05	0,93	0,956
W_{el}, J	4783,8	5987,4	4687,2	5489,9	5599,1	5309,48
M/m, mol⁻¹	7,32	6,86	6,78	7,13	6,79	6,976
ΔH, kJ/mol	29,56	30,98	26,66	33,41	28,29	29,78
ΔS, J/(mol·K)	96,05	100,68	86,65	108,6	91,92	96,78

Võrreldakse arvutuste teel saadud keskmist aurustumisentalpia ΔH väärtust saadud eksperimentaalsete andmetega, selgub et see on $\Delta H_{kesk} = 29,78 \text{ kJ/mol}$, mis on ligilähedane teatmiku väärtusele $\Delta H_{auru} = 25,6 \text{ kJ/mol}$.

Arvutatakse aurustumisentalpia keskväärtuse hälve, kasutades valemit (3.6):

$$\% = \frac{25,6 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}} - 29,78 \text{ kJ/mol}}{25,6 \text{ kJ/mol}} \cdot 100\% = 16,33\%$$

Saadud keskmise väärtuse, mis on arvutatud katseandmete põhjal, erineb teatmiku väärtusest 16,33% võrra. Leitud aurustumisentalpia keskmisest väärtusest tulenev hälve on suurem kui üksiku katse põhjal leitud hälve.

Järgnevalt võrreldakse eksperimentaalsete andmete põhjal arvutatud aurustumisentropia ΔS keskmist väärtust teatmeväärvtusega. Arvutuslik väärtus on $\Delta S_{kesk}=96,78 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$ ja teatmiku väärtus $\Delta S_{auru}=83,2 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$.

Määräatakse arvutatud aurustumisentropia keskväärtuse hälve, kasutades valemit (3.6):

$$\% = \frac{83,2 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}} - 96,78 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}}{83,2 \frac{\text{J}}{\text{mol}\cdot\text{K}}} \cdot 100\% = 16,32\%$$

Saadud keskmise väärtuse, mis on arvutatud katseandmete põhjal, erineb teatmiku väärtusest 16,32% võrra. Leitud aurustumisentalpia keskmisest väärtusest tulenev hälve on suurem kui üksiku katse põhjal leitud hälve.

Hälve esinemise põhjuseks on asjaolu, et seade ei pruugi olla täpselt paigaldatud, seadme tundlikkus on ebapiisav, ruumi niiskus ja muud välistegurid.

KOKKUVÕTE

Käesoleva lõputöö eesmärk on töötada välja metoodikad neutraliseerimise, puhta aine sulamise ja vedeliku aurustumisentalpia määramiseks kasutades seadet Phywe Cobra 3, mis on omandatud TalTech Virumaa kolledži keemialaboratooriumi jaoks.

Metoodikate koostamiseks olid õpitud selgeks kalorimeetrilise süsteemi ja Phywe Cobra 3 seadme struktuur ja tööpõhimõtted.

Seadmel Phywe Cobra 3 koostati entalpia määramise meetodid, viidi läbi katsed ja arvutused ning määrati alljärgnevad entalpia väärtsused:

- neutraliseerimise entalpia $\Delta H_n = -57,03 \text{ kJ/mol}$ hälvega 14,10%;
- puhta aine sulamisentalpia $\Delta H = 14,164 \text{ kJ/mol}$ hälvega 4,14%, sulamisentropia väärthus $\Delta S = 49,716 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$ hälvega 4,23%;
- vedeliku aurustumisentalpia $\Delta H = 29,78 \text{ kJ/mol}$ hälvega 16,33%, aurustumisentropia väärthus $\Delta S = 96,78 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$ hälvega 16,32%.

Katse käigus saadud entalpia kokkulangevus tetamiku väärustustega:

- neutraliseerimise entalpia hälvet (14,10%) 10-15 % piires võib pidada rahuldagavaks;
- puhta aine sulamisentalpia hälvet (4,14%) 0-5 % piires võib pidada usaldusväärseks;
- vedeliku aurustumisentalpia hälvet (16,33%) 10-17% piires võib pidada rahuldagavaks.

Vead võivad olla tingitud järgmistel põhjustel: ebatäpne mõõteriistade paigaldamine; ebapiisav mõõteriistade tundlikkus; näitude ebatäpsusest tingitud juhuslikud vead ja inimfaktor.

Tööd on teostatud neutraliseerimise, sulamise ja aurustumisentalpia määramise meetodite usaldusvärsuse kinnitamiseks. Lõputöö on koostatud praktilise osa ja sellest tulevate arvutuste põhjal. Tulemuseks võib öelda, et koostatud metoodikate abil saadud entalpia väärusi võib pidada rahuldagavaks ja usaldusväärseks.

Lõputöö tulemuste alusel on koostatud laboratoorsete tööde juhendid, mida on võimalik kasutada aine „Füüsikalise keemia“ laboratoorsetes praktikumides.

SUMMARY

The topic of this thesis is related to a branch of physical chemistry (thermochemistry). Thermochemistry studies the thermal phenomena, which are accompanied by the release of heat. The heat effect of a reaction is the amount of heat released or absorbed during an irreversible reaction, if the reaction products and starting substances have the same temperature.

The heat effect of a reaction, measured at constant temperature and pressure - the heat of reaction Q_p . The value that describes the change in state of the system and opposite in sign, the reaction enthalpy ΔH . The enthalpies of formation are known for several thousand substances. This allows the energy effects of different processes to be calculated.

The relevance of the topic of the thesis lies in the fact that the Taltech Virumaa kolledž chemistry laboratory has received new equipment Phywe Cobra 3, which needs to be introduced into the educational process.

The purpose of this thesis is to develop methodologies for the determination of the enthalpy of neutralisation, enthalpy of melting of a pure substance and enthalpy of vaporization of a liquid on Phywe Cobra 3 equipment, which was purchased by Virumaa kolledž laboratory.

The device and the principle of operation of the Phywe Cobra3 laboratory unit were studied for the compilation of the methodologies.

Methodologies for the determination of the enthalpy using a Phywe Cobra unit were compiled, experiments were done and calculations were made and enthalpy values determined:

- neutralisation $\Delta H_n = -57,03 \text{ kJ/mol}$, and calculated an error equal to 14,10%;
- melting enthalpy of a pure substance $\Delta H = 14,164 \text{ kJ/mol}$ and calculated an error equal to 4,14%, melting entropy value $\Delta S = 49,716 \text{ J/mol}\cdot\text{K}$ and calculated an error equal to 4,23%;
- vaporization enthalpy of liquid $\Delta H = 29,78 \text{ kJ/mol}$, and calculated an error equal to 16,33%, vaporization entropy value $\Delta S = 96,78 \text{ J/моль}\cdot\text{K}$, and calculated an error equal to 16,32%.

Matching the enthalpy obtained from the experiment:

- neutralisation (14,10%) within 10-15% error with reference data can be considered satisfactory;
- melting enthalpy of a pure substance (4,14%) within 0-5% error with reference

- data can be considered reliable;
- vaporization enthalpy of liquid (16,33%) within 10-17% error with reference data can be considered satisfactory.

Errors may have arisen due to: imperfect instrumentation; inaccurate instrument installation; insufficient instrument sensitivity random errors caused by inaccuracies in the readings, which any experimenter can unwittingly allow.

Work has been carried out to confirm the methodologies for the determination of the enthalpy of neutralisation, enthalpy of melting and enthalpy of vapourization. The work was carried out on the basis of experiments carried out which resulted in the data obtained in the calculations. It is shown that the enthalpy values obtained from these methodologies can be considered satisfactory and reliable.

The results of the thesis have resulted in the methodologies that will be used in a laboratory practicum on the subject of physical chemistry.

KASUTATUD KIRJANDUS

1. Н. П. Ячина, „Теоретические основы обучения учительской профессии,” Казань, 2016 [Kasutatud 27 märts 2022].
2. С. В. Кадникова, Муниципальное учреждение дополнительного образования «Центр развития творчества детей и юношества», 2017. https://crtdu.my1.ru/2019_crtdu/other/metod-doc/metodicheskaja_razrabotka-metodicheskaja_produkcij.pdf. [Kasutatud 27 märts 2022].
3. В. Л. Сафонов, „ПОЛОЖЕНИЕ об учебно-методическом комплексе к дополнительной общеобразовательной программе Муниципального автономного учреждения дополнительного образования "Детско-юношеский центр Орион",“ 2014. http://www.orionnvkz.ru/e107_files/public/localact/pologUMK.pdf. [Kasutatud 9 aprill 2022].
4. М. В. Рогачева, Рекомендации по технологии создания цебено-методических изданий, Москва, 2016. [Kasutatud 9 aprill 2022]
5. И. В. Гайнуллина, „Правила и тербования оформления методической разработки,“ 2010. <https://docplayer.com/26016477-Metodicheskoe-posobie.html>. [Kasutatud 9 aprill 2022].
6. Н. Ю. Милютинская, Лабораторный практикум как вид самостоятельной аудиторной работы, Тамбов: Грамота, 2012. [Kasutatud 9 aprill 2022]
7. А. В. Маслов, „StudFiles,“ «Российский государственный профессионально-педагогический университет», Машиностоительный институт, 2016. <https://studfile.net/preview/6220596/page:3/>. [Kasutatud 6 aprill 2022].
8. С. И. Маслова, Информация образования направления средства технологии, Москва: МЭИ, 2004. [Kasutatud 12 aprill 2022]
9. П. Д. Агрба, Задачи лабораторного практикума, Нижний Новгород: Нижегородский университет, 2015. [Kasutatud 12 aprill 2022]
10. В. Е. Зашихин, „Разработка лабораторного практикума по дисциплине "Системы электроснабжения",“ Институт инженерно-педагогического образования, Екатеринбург, 2018.[Kasutatud 12 aprill 2022]
11. С. А. Семенова, Г. С. Шатило, „Методические рекомендации по планированию, организации и проведению лабораторных работ и практических занятий,“ Мурманский индустриальный колледж, Мурманск, 2017.[Kasutatud 12 aprill 2022]
12. Л. Н. Зеленина, Практикум по физической химии. Химическая термодинамика. Применение калориметрии растворения для теплоты образования, Новосибирск: РИЦ НГУ, 2015. [Kasutatud 14 aprill 2022]
13. А. И. Походун, А. В. Шарков, Экспериментальные методы исследований. Измерения теплофизических величин, Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский государственный

университет информационных технологий, механики и оптики, 2006. [Kasutatud 14 aprill 2022]

14. Г. В. Булидорова, Ю. Г. Гаяметдинов, Х. М. Ярошевская, В. П. Баранов, Основы химической термодинамики, Казань: Казанский государственный технологический университет, 2011. [Kasutatud 17 aprill 2022]
15. М. М. Попов, Термометрия и калориметрия, Москва: МГУ, 1954. [Kasutatud 17 aprill 2022]
16. Ю. П. Kovriga, B. M. Stifatov, „Термохимия. Определение теплоты гидратообразования в нейтрализации.,“ Самарский государственный технический университет, Самара, 2017.[Kasutatud 17 aprill 2022]
17. Helpiks.org, „Фазовые переходы первого рода. Плавление. Испарение,“ 2015. <https://helpiks.org/3-55807.html>. [Kasutatud 25 aprill 2022].
18. „Термохимия,“ Российский Химико-технологический университет имени Менделеева, Москва, 2020.[Kasutatud 17 aprill 2022]
19. Е. В. Нефедова, Физическая химия. 1 часть. Химическая термодинамика: лабораторный практикум, Магнитогорск: Магнитогорский государственный технический университет, 2012. [Kasutatud 17 aprill 2022]
20. П. А. Николайчук, Лабораторный практикум по физической химии. Химическая термодинамика., Челябинск: Челябинский государственный университет, 2016.[Kasutatud 22 aprill 2022]
21. Phywe, „Phywe excellence in science,“ 2008. https://www.phywe.com/ru/fizika/termodinamika/kalorimetriya/1200_780_1711/ [Kasutatud 22 aprill 2022].
22. Phywe, „Phywe excellence in science,“ 2008. https://www.phywe.com/equipment-accessories/power-supplies/stabilised-or-regulated-power-supply-units/phywe-power-supply-universal-dc-0-18-v-0-5-a-ac-2-4-6-8-10-12-15-v-5-a_2165_3096/. [Kasutatud 22 Aprill 2022].
23. Ausetute, „Ausetute,“ 2017. [Võrgumaterjal]. <https://www.ausetute.com.au/heatneutral.html>. [Kasutatud 27 aprill 2022].

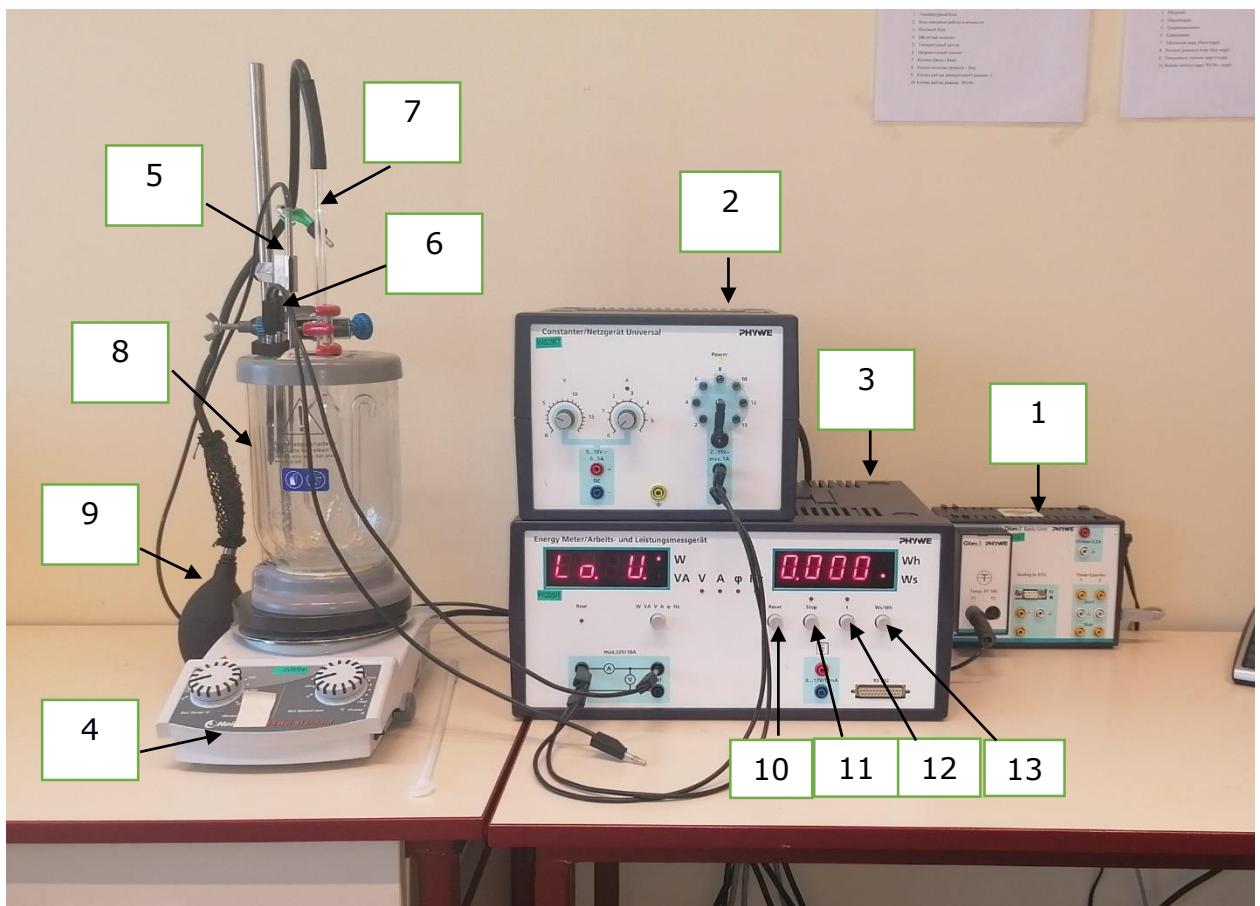
LISAD

LISA 1 Laboratoorne töö 1 „Neutraliseerimise entalpia määramine“

Laboratoorne töö

«Neutraliseerimise entalpia määramine»

Töö eesmärk: määrata tugeva aluse neutraliseerimise entalpia tugeva happega



Joonis.1. Neutraliseerimise entalpia määramise seade

Neeutraliseerimise entalpia määramise seadme osad:

1. Temperatuuriplokk
2. Töö ja võimsuse määramise plokk
3. Põhiplokk
4. Magnetsegaja
5. Temperatuuriandur
6. Kütteelement
7. Pipett kalorimetri jaoks
8. Kalorimeetriline seade

9. Kummipirn, topelt
10. Tühistamise nupp – Reset
11. Protsessi peatamise nupp – Stop
12. Temperatuuri valimise nupp – t
13. Režiimi valimise nupp – Wh/Ws

Terminid: neutraliseerimise entalpia, kalorimeetria, soojusmahtuvus

Peamised põhimõtted: Kui tugev hape neutraliseeritakse tugeva alusega lajhendatud lahuses, vabaneb alati sama palju soojust. Kui reaktsioon toimub isobaarilistes tingimustes, nimetatakse seda soojust neutraliseerumise entalpiaks. Keemiline reaktsioon, mille käigus see soojus vabaneb on prootonite ja hüdroksiidioonide reaktsioon, mille käigus moodustub dissotsieerumata vesi. Järelikult vastab see nendest ionidest vee moodustumise entalpiale.

Eesmärgid:

- mõõta temperatuuri muutust, kui kaaliumhüdroksiidi lahus neutraliseeritakse soolhappega;
- arvutada neutraliseerimise entalpia.

Mõõtevahendid ja seadmed:

- kalorimeetriline seade;
- pipett kalorimeetri jaoks, 50 ml;
- pipetipump;
- kummipirn, topelt;
- vedrukammer, laius 15 mm;
- tehnilised kaalud täpsusega 0,1 g;
- mõõtekolb, 500 ml x 2 tk;
- keeduklaas, 100 ml, kõrge;
- keeduklaas, 600 ml x 2 tk, kõrged;
- arvuti tarkvaraga.

Reaktiivid:

- KOH 2M lahus;
- HCl 2M lahus;
- destilleeritud vesi.

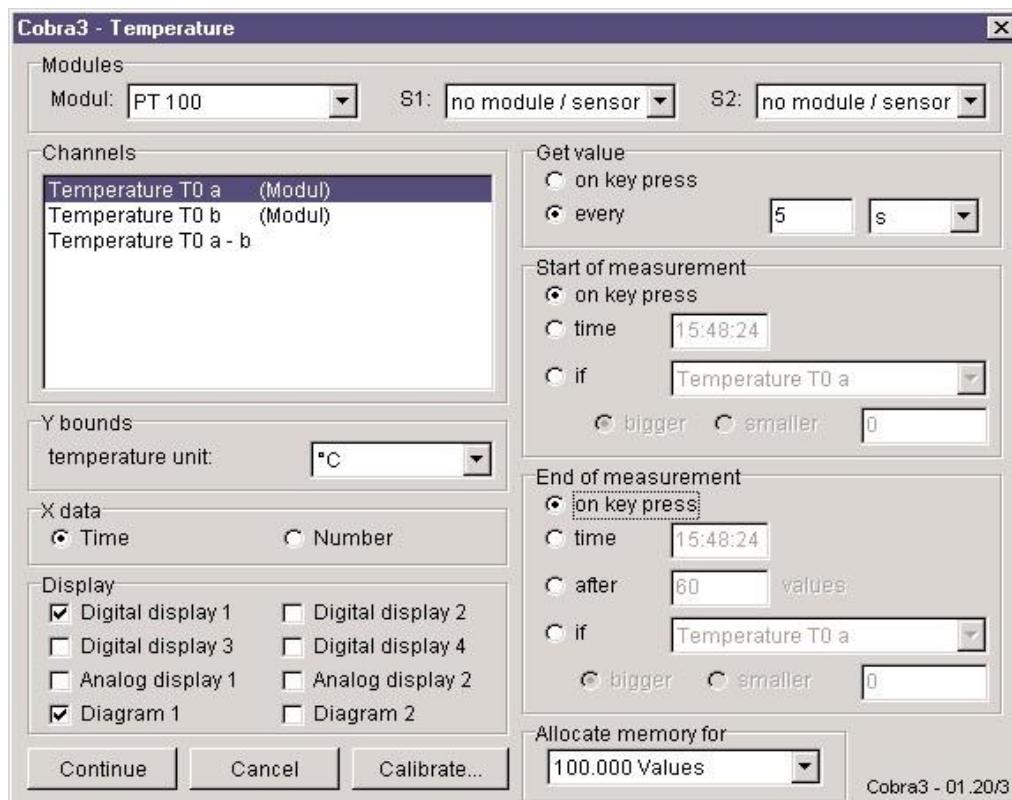
Töö käik:

1. Panna kokku kalorimeetriline seade nagu näidatud joonisel 1. Ärge ühendage kütteelemendi (6) töö-ja võimsuse mõõtmise mooduliga.

2. Valmistada KOH ($c_{\text{HCl}}=2 \text{ mol/l}$) lahus, viia 1 M KOH fiksanaal 500 ml mõõtekolbi ja täita veega miniskini. Valmistada teises 500 ml mõõtekolvis soolhappe lahus, kasutades selleks 1M HCl fiksanaali täpse kontsentratsiooniga lahuse valmistamiseks ($c_{\text{HCl}}=2 \text{ mol/l}$).

NB! Kaaliumhüdroksiid ei pruugi olla ampullides, vaid tahke ainena (pulbrina), mis nõuab õige kontsentratsiooniga lahuse saamiseks määrama õige kogus kaaliumhüdroksiidi (g), võttes arvesse puhtuse protsendi (märgitud pudelil). Lahust tuleb alati valmistada tõmbekapis, järgides ohutusnõudeid (kaaliumhüdroksiid lahustub eksotermiliselt).

3. Ühendada temperatuurianduri (5) temperatuuri mõõtmise mooduliga (1).
4. Käivitada töölaual programmi «Measure», valida vahekaardil «Gauge» tööriistaks «Cobra 3 Temperature» ja seadistada mõõtmisparameetrid vastavalt joonisele 2.



Joonis 2. Neutraliseerimise mõõtmise parameetrite seadistused

5. Täita kalorimeeter 750 g destilleeritud veega kasutades selleks mõõtsilindrit. Kaaluda lahusti tehnilikitel kaaludel (0,1 g täpsusega) ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale.
6. Avanevas dialoogiaknas valida jaotuse alt Temperature T0 moodul, seejärel valida Display jaotuse alt Digital display 1 ja avanevas dialoogiaknas valida Temperature T0a. Seejärel panna märk "Diagramm 1" vastas ja valida hüpiaknas Mode jaotuse all Auto range ja vajutada OK. Jaotuses Get value panna ajaks 5 sekundit. Vajutada

nuppu "Calibrate", sisestada kalorimeetris oleva termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus ilmuvasse dialoogiaknasse ja vajutada nuppu "Calibrate" ning oodata, kuni kalibreerimine on lõpetatud. Kui kalibreerimine on lõpetatud, klõpsata OK ja panna kinni dialoogiaken «Calibrate».

7. Kui kõik seadistused on tehtud, vajutada nuppu «Continue». Avanevas aknas sisestada keskkonna temperatuur selleks, et seadistada temperatuuri tasakaal.
8. Kaaluda 60 g kaaliumhüdroksiidi lahust (täpsusega 0,1 g) ja valada see kalorimeetrisse. Kaaluda silinder koos KOH jäälkidega.
9. Kasutades kalorimeetripipetti, millele on kinnitatud pipetipump, võtta kõrgest keeduklaasist (600 ml) umbes 50 ml 2 M HCl. Kalorimeeterpipetiga võetud HCl täpne mass arvutatakse täidetud ja tühja kalorimeeterpipeti erinevuse põhjal (täpsus 0,1 g).

NB! Tühi kalorimeetripipett koos pipetipumbaga kaaluda kõrges 600 ml keeduklaasi ja samas keeduklaasis kaaluda ka täidetud kalorimeetripipett.

10. Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis. (**Ärge lülitage** magnetsegaja kütmist).
11. Seadistada kalorimeetripipett kalorimeeteranumasse (eemaldades enne pipetipumba). Kinnitada topeltkummipirn kalorimeetripipeti otsikule ja panna topeltkummipirni torul olev vedruklamber kinni. Kinnitada pipett statiivi külge nii, et külgotsik oleks vedeliku tasemest kõrgemal ja segisti saaks vabalt pöörelda.
12. Seadistada kütteelemendi (6) ja temperatuurianduri (5) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada need käpaga.
13. Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Oodata 3-4 minutit ja seejärel pipeteerida HCl kalorimeetris olevasse KOH lahusesse. Selleks keera pirni vooliku vedruklamber kinni, täida pirni ülemine balloon vajutades alumist ja seejärel ava pirni vedruklamber. Jätkata mõõtmist, kuni saavutatakse uus temperatuuritasakaal. Registreerida temperatuur T_2 .
14. Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada toitepinge "Power" töö- ja võimsuse mõõteseadmel (seade 2) 10 V peale (joonis 3).



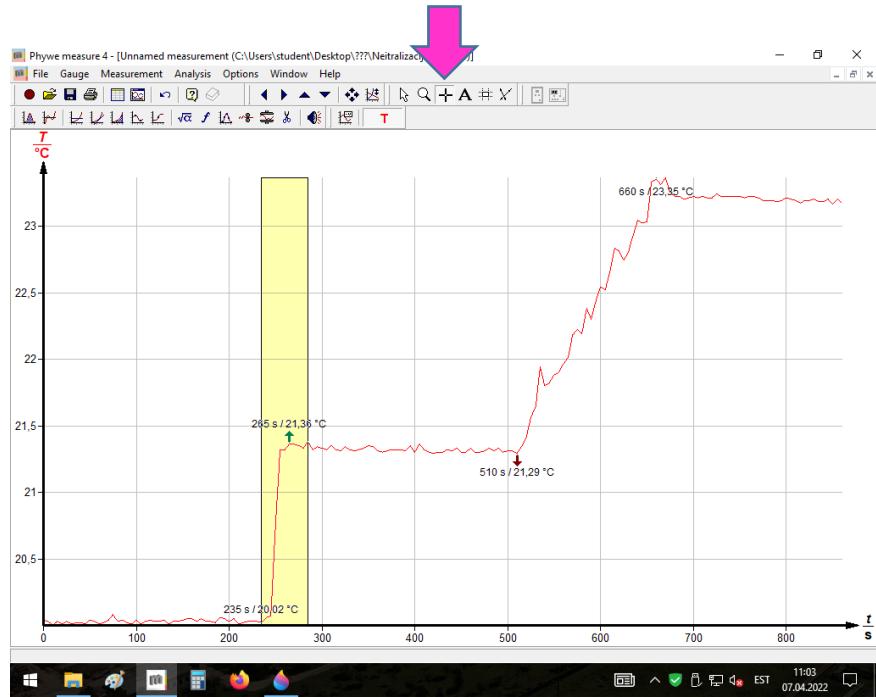
Joonis 3



Joonis 4

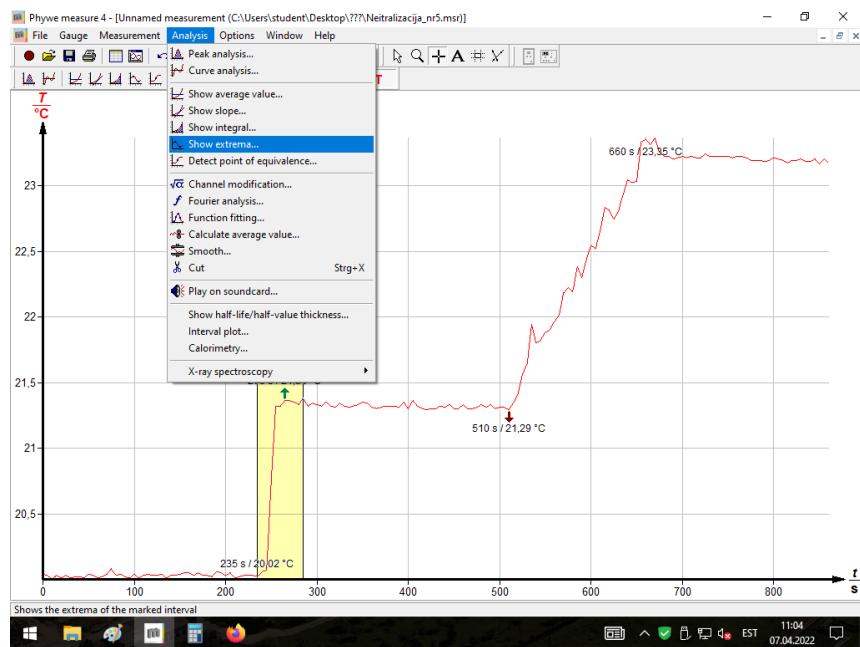
15. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 (joonis 4) pistikupesadesse (välja). Süsteem soojeneb nüüd pidevalt ja seade näitab tarnitav energia kogust W (energiaploki 3 ekraanil), mis on võrdne Q_{cal} .
16. Kui temperatuur süsteemis tõuseb umbes 2 °C võrra, siis registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 3), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada kütmine välja (eemaldada kütteelement energiaploki 3 pistikupesast) ja eemaldada pinge seadmest 2.
17. 3 minuti pärast peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements". Kui mõõtmise on peatatud, kuvatakse töö ajal toimunud temperatuuri muutuse graafik.
18. Määrata saadud graafikul temperatuurimuutused. Selleks valida vahekaardil Analysis (Analüüs) vahekaart peak analyses ja märgistada linnukesega. Temperatuuriandmed ilmuvalt graafikule.

Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt ekraanile temperatuuri muutuste graafiku. Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 . Selle jaoks on vaja valida tööriistaribal nupp "Mark" (tähistatud roosa noolega) ja valitud tööriistaga märkida graafikul (joonis 5) temperatuurimuutuse tsoon pärast HCl lisamist (tsoon on näidatud kollase värviga).



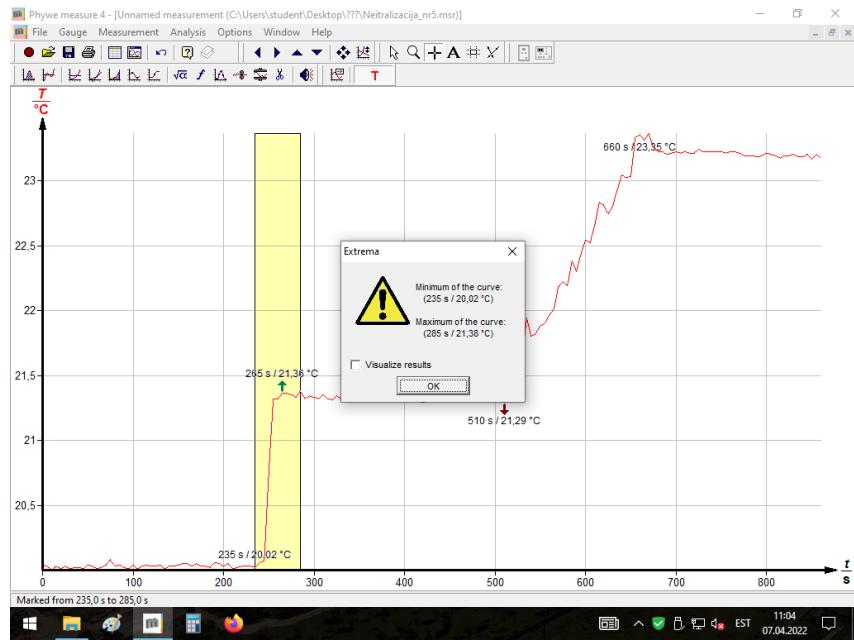
Joonis 5. Temperatuurimuutuste tsoonni esiletõstmine, kasutades nuppu Mark

Valitud tsoonil klõpsata vahekaardile Analysis ja valida Show extrema (joonis 6), graafikule ilmub hüpikaken, mis näitab miinimum- ja maksimumväärtusi selles tsoonis, nii temperatuuri kui ka muutumisaega.



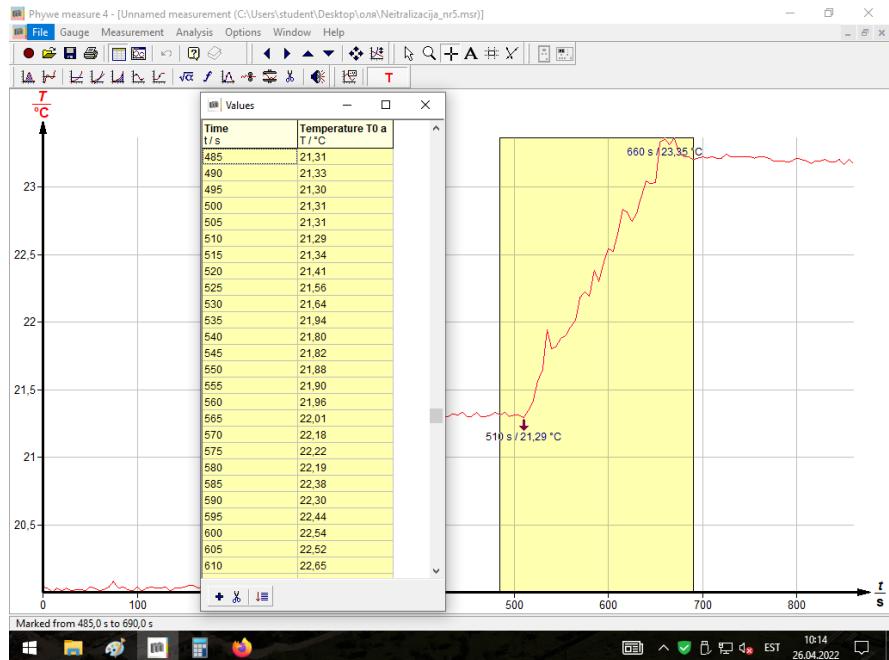
Joonis 6. Show extrema nupp

Ekstreemväärtuste visualiseerimiseks on vaja hüpiaknas (joonis 7) panna linnukesel Vizualize results vastas. Järgnevalt on vaja leida temperatuuri ja aja väärtus sundkuumutamisel. Selleks töötetata esile vastav tsoon ja leitakse T_3 , kasutades nuppu ekstreemide leidmiseks.



Joonis 7. Ekstreemide visualiseerimine

Graafiku järgi on vaja leida sundkütmise aega, selleks tuleb valida sundkütmise tsoon (joonis 8), teha paremklöps tabeli Data table osas. Graafiku põhjal lahutatakse valitud tsooni esimene väärthus (joonis 8) (kollane värv) viimasest väärthusest (s).



Joonis 8. Nupp Data table ja tabeli andmete ilmumine

19. Printida graafik.

Arvutused:

1. Kalorimeetrisse viidud lahused

Nimetus	Väärtus
m(tühi silinder+destil. H ₂ O)	
m(silinder+ H ₂ O jäägid)	
m(H ₂ O)	
m(tühi silinder+KOH)	
m(silinder+ KOH jäägid)	
m(KOH)	
m(keeduklaas+pipett+pipetipump)	
m(keeduklaas+pipett+pipetipump+HCl)	
m(HCl)	

2. Temperatuuri väärtused

Nimetus	Väärtus
Algne temperatuur (T ₁)	
Temperatuur neutraliseerimise lõpus (T ₂)	
Temperatuur sundkuumutamise lõpus (T ₃)	

3. Kütteks kulutatud energia väärtus (W).....

4. Sundkütmise aeg ($\Delta\tau$).....

5. Neutraliseerimise entalpia määramine

$$Q_{exp} = Q_{cal} \cdot \frac{\Delta T_{exp}}{\Delta T_{cal}} \quad \Delta H = \frac{Q_{exp}}{n}$$

kus : Q_{exp} – neutraliseerimise entalpia, kJ/mol

Q_{cal} – elektritöö, kJ/mol

ΔT_{exp} – temperatuuri erinevus neutraliseerimisprotsessi ajal ($\Delta T_{exp} = T_2 - T_1$), °C

ΔT_{cal} – temperatuuri erinevus sundkütmise ajal ($\Delta T_{cal} = T_3 - T_2$), °C

n – soola hulk, mol;

ΔH – molaarne neutraliseerumisentalpia, kJ/mol

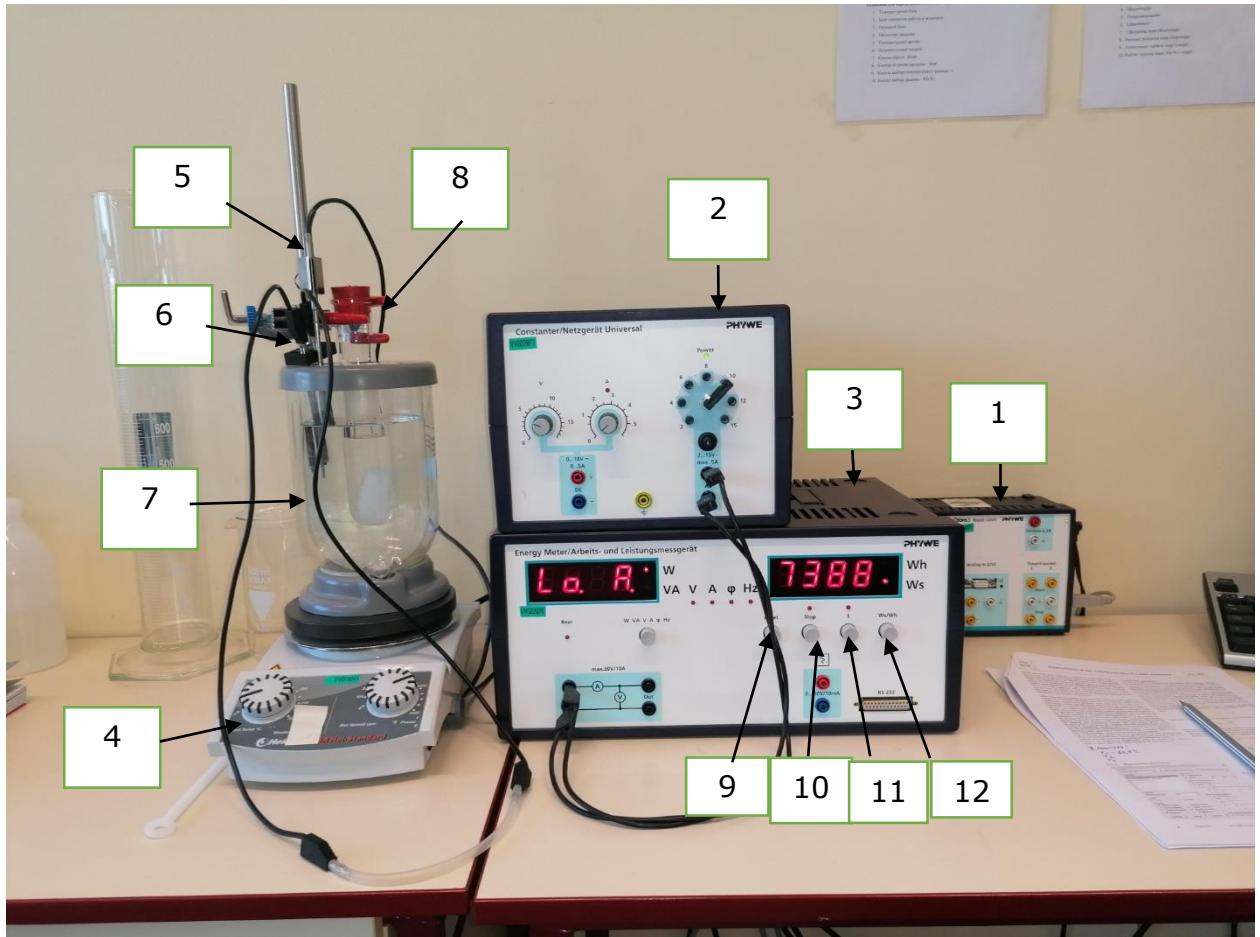
LISA 2 Laboratoorne töö 2

„Sulamisentalpia määramine“

Laboratoorne töö

«Puhta aine sulamisentalpia määramine»

Töö eesmärk: määrata puhta aine sulamisentalpia pärast kristalliseerumist ja selle järgnevat sundkuumutamist



Joonis 1. Seade puhta aine sulamisentalpia määrmiseks

Sulamisentalpia määramise seadme osad:

1. Temperatuuriplakk
2. Töö ja võimsuse määramise plokk
3. Põhiplokk
4. Magnetsegaja
5. Temperatuuriandur
6. Kütteelement
7. Kalorimeetriline seade
8. Aurustus katseklaas

9. Tühistamise nupp – Reset
10. Protsessi peatamise nupp – Stop
11. Temperatuuri valimise nupp – t
12. Režiimi valimise nupp – Wh/Ws

Terminid: soojusmahtuvus, sulamisentalpia, kalorimeetria, Gibbsi faasireegel, sublimatsiooni entalpia, aurustumisentalpia

Peamised põhimõtted: Tahke aine sulamisel on kristallvõre lagundamiseks vaja energiat. Aine, mille sulamistemperatuur on veidi alla toatemperatuuri, jahutatakse kõigepealt tahkeks ja sulatatakse seejärel kalorimeetris. Sulamisentalpia arvutatakse kalorimeetris sulamisprotsessi tulemusena toimuva temperatuuri languse põhjal.

Eesmärgid:

- joonistada temperatuuri-aja diagramm dioksaani sulamisprotsessi kohta;
- arvutada 1,4-dioksaani sulamisentalpia ja entroopia.

Mõõtevahendid ja seadmed:

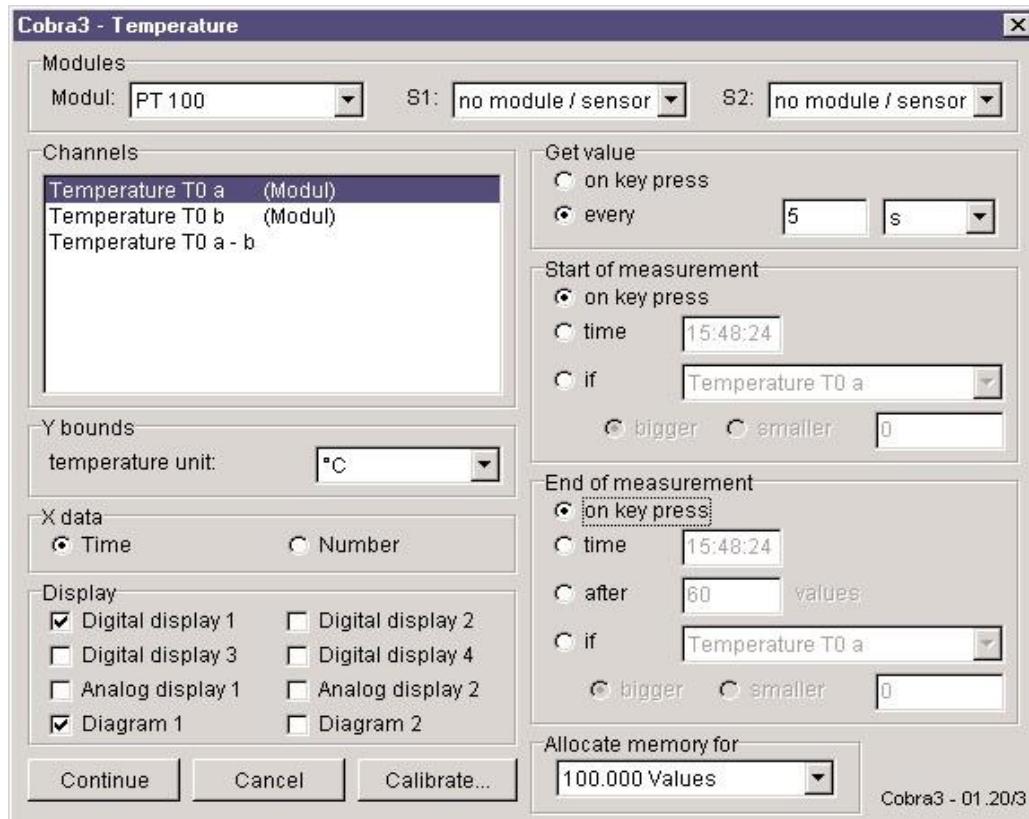
- kalorimeetriline seade;
- Dewari kolb, 300 ml;
- katseklaas, d=30 mm, l=200 mm x 2 tk;
- kummist kork, d=26/32 x 2 tk;
- tehnilised kaalud täpsusega 0,1 g;
- keeduklaas, 100 ml, kõrge;
- pipett;
- arvuti tarkvaraga.

Reaktiivid:

- 1,4-dioksaan, 50 g;
- destilleeritud vesi.

Töö käik:

1. Panna kokku kalorimeetriline seade nagu näidatud joonisel 1. Ärge ühendage kütteelemendi (6) töö-ja võimsuse mõõtmise mooduliga.
2. Ühendada temperatuurianduri (5) temperatuuri mõõtmise mooduliga (1).
3. Käivitada töölaual programm «Measure», valida vahekaardil «Gauge» tööriistaks «Cobra 3 Temperature» ja seadistada mõõtmisparameetrid vastavalt joonisele 2.



Joonis 2. Sulamisentalpia parameetrite seadistused

4. Avanevas dialoogiaknas valida jaotuse alt Temperature T0 moodul, seejärel valida Display jaotuse alt Digital display 1 ja avanevas dialoogiaknas valida Temperature T0a. Seejärel panna märk "Diagramm 1" vastas ja valida hüpiaknas Mode jaotuse all Auto range ja vajutada OK. Jaotuses Get value panna ajaks 5 sekundit. Vajutada nuppu "Calibrate", sisestada kalorimeetris oleva termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus ilmuvasse dialoogiaknasse ja vajutada nuppu "Calibrate" ning oodata, kuni kalibreerimine on lõpetatud. Kui kalibreerimine on lõpetatud, klõpsata OK ja panna kinni dialoogiaken «Calibrate».
5. Kui kõik seadistused on tehtud, vajutada nuppu «Continue». Avanevas aknas märkida keskkonna temperatuur ja seadistada temperatuuri tasakaal.
6. Kaaluda 44,05 g (0,5 mol) 1,4-dioksaani katseklaasis läbimõõduga 30 mm (täpsusega 0,01 g) ja sulgeda korgiga.
7. Täita Dewari kolbi jää- ja jääveega, asetada 1,4-dioksaani sisaldav katseklaas Dewari kolbi jahutavasse segusse ja lasta umbes 1 tund kristalliseeruda.
8. Sel ajal täita kalorimeeter 850 g destilleeritud veega, mis mõõdetakse silindriga kaalul (0,1 g täpsusega), ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale. Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis (**Ärge lülitage sisse kütet!**). Seadistada kütteelement (7) ja temperatuuriandur (6) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada käpaga.

9. Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Oodata 3-4 minutit ja märkida üles T_{1empty} . Tühi katseklaas diameetriga d=30 mm sulgeda korgiga ja asetada kalorimeetrisse.
10. Jätkata mõõtmist umbes 5 minutit, kuni saavutatakse uus temperatuuritasakaal. Registreerida temperatuur T_{2empty} .
11. Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõtseadme (seade 2) toitepinge Power 10 V peale (joonis 3).
12. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja) (joonis 4). Süsteem soojeneb nüüd pidevalt ja seade näitab tarnitud energia kogust W (energiaploki 3 ekraanil).
13. Jätkata mõõtmist umbes 5 minutit, siis registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 3), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada kütmise välja (eemaldada kütteelement energiaploki 3 pistikupesast) ja eemaldada pingi seadmest 2.



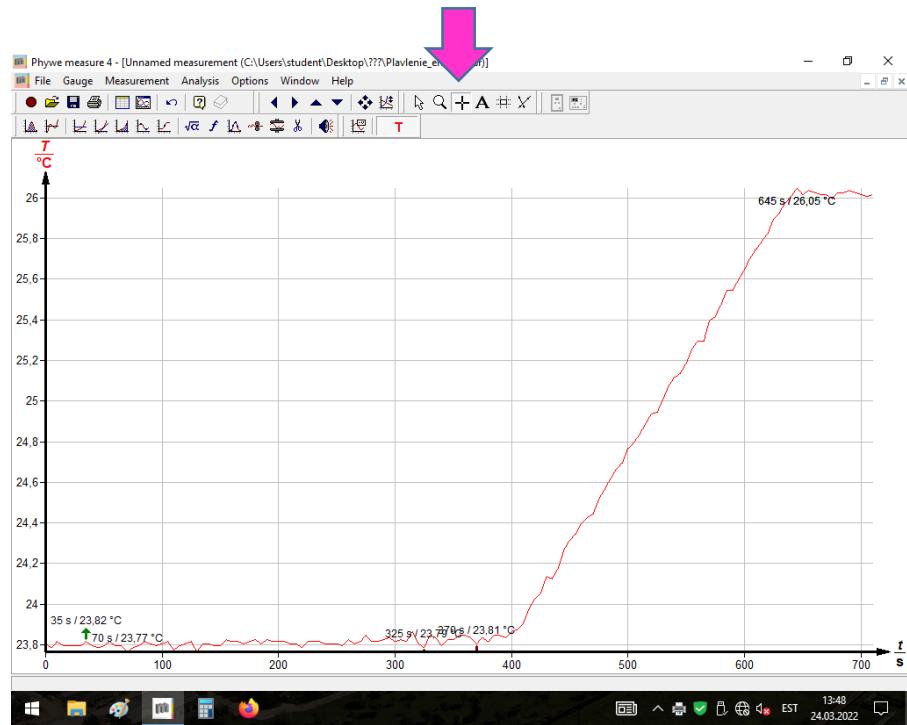
Joonis 3



Joonis 4

14. 3 minuti pärast peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements", panna kirja temperatuuri väärthus T_{3empty} . Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab tarkvara automaatselt temperatuuri muutuste graafiku.
15. Tühjendada kalorimeeter.
16. Määräda saadud graafikul temperatuurimuutused. Selleks valida vahekaardil Analysis vahekaart peak analyses, panna märgi selle vastas. Temperatuuriandmed ilmuivad graafikul.

Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt ekraanile temperatuuri muutuste graafiku. Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 . Selle jaoks on vaja valida tööriistaribal nupp "Mark" (tähistatud roosa noolega) ja valitud tööriistaga märkida terve graafiku (joonis 5) (tsoon on näidatud kollase värviga).

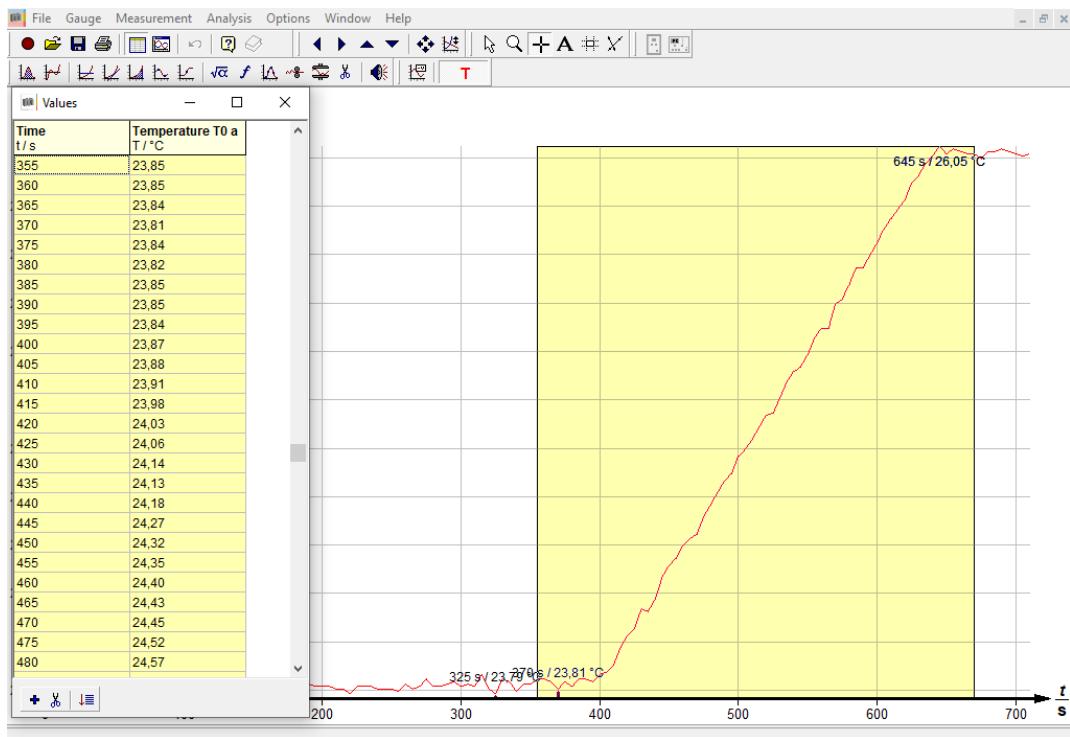


Joonis 5. Temperatuurimuutuste tsooni esiletõstmine, kasutades nuppu Mark

Valitud tsoonil klõpsata vahekaardile Analysis ja valida Show extrema (joonis 8), graafikule ilmub hüpiaken, mis näitab miinimum- ja maksimumväärtusi selles tsoonis, nii temperatuuri kui ka muutumisaega.

Ekstreemväärtuste visualiseerimiseks on vaja hüpiaknas (joonis 9) panna linnukese Vizualize results vastas.

Kuna T_{1empty} ja T_{2empty} ei erine üksteisest palju, on peamised näitajad, mida tuleb määrata, temperatuur (T_{3empty}) ja sundkütmise aeg. Temperatuuri (T_{3empty}) ja kütteaja väljaselgitamiseks on vaja märkida sundküttesoon (joonis 6) ja parema nupuga valida Data table. Valida temperatuuri värtuseks (T_{3empty}) maksimaalne värtus, mis on esitatud kollase värviga tähistatud tabelis (joonis 6). Kuumutusaja leidmiseks lahatatakse viimastest värtustest (s) - esimene värtus (joonis 6) kollaselt esile tõstetud alal (avatava tabeli esimene veerg).



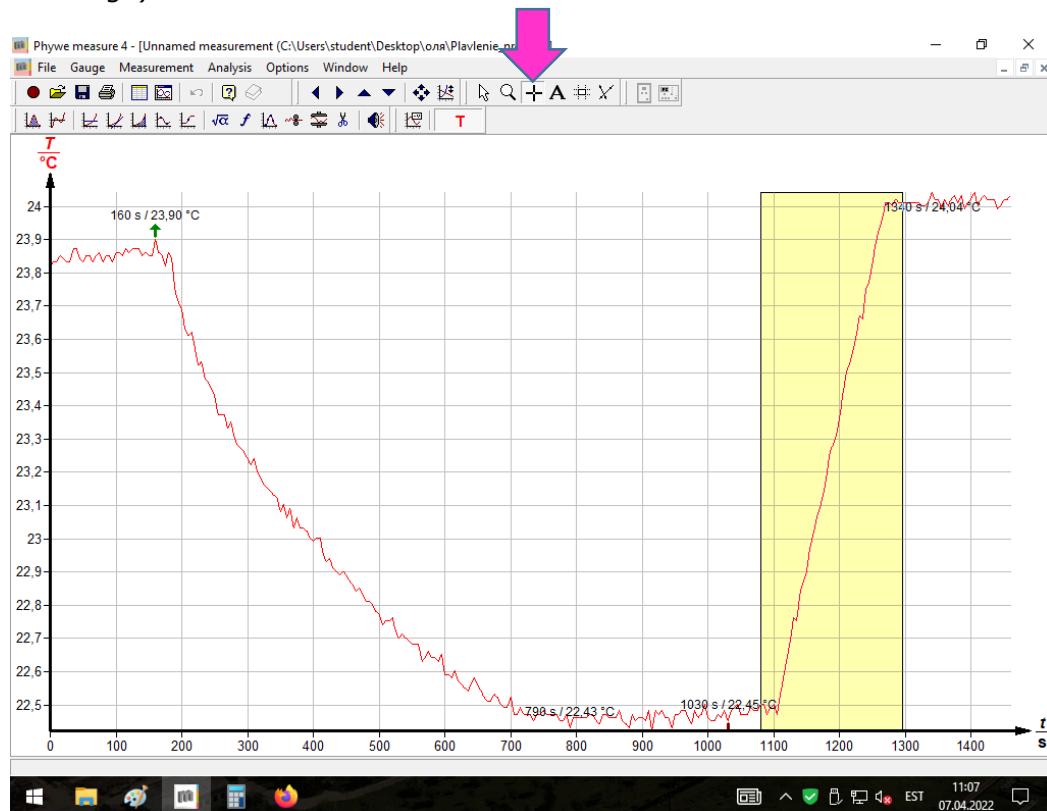
Joonis 6. Nupp Data table ja tabeli andmete ilmumine

17. Jälgida 1,4-dioksaani jäätumise aega. 45 minuti möödumisel täita kalorimeeter 850 g destilleeritud veega kasutades mõõtesilindrit (0,1 g täpsusega) ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale (**Ärge lülitage sisse kütet!**). Asetada magnet täidetud kalorimeetrisse ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis. Seadistada kütteelement (7) ja temperatuuriandur (6) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada need käpaga.
18. Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Oodata 3-4 minutit ja kirja panna T_1 . Seejärel eemaldada 1,4-dioksaani sisalda katseklaasi Dewari kolvist, pühkida see kuivaks ja panna kalorimeetrisse. Veetase kalorimeetris peab olema 1 cm kõrgem kui 1,4-dioksaani tase katseklaasis.
19. Kui dioksaan on täielikult sulanud ja temperatuuritasakaal on saavutatud, jätkata temperatuuri mõõtmist veel umbes 5 minutit. Registreerida temperatuur T_2 .
20. Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõteseadme (seade 2) toitepinge Power 10 V peale (joonis 3).
21. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja) (joonis 4). Süsteem soojeneb nüüd pidevalt, mida näitab tarnitud energia kogust W (energiaploki 3 ekraanil).
22. Kui temperatuur süsteemis jõuab algväärtuseni (T_1), siis registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 3), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada kütmine välja

(eemaldada kütteelement energiaploki 3 pistikupesast) ja eemaldada pinge seadmest 2.

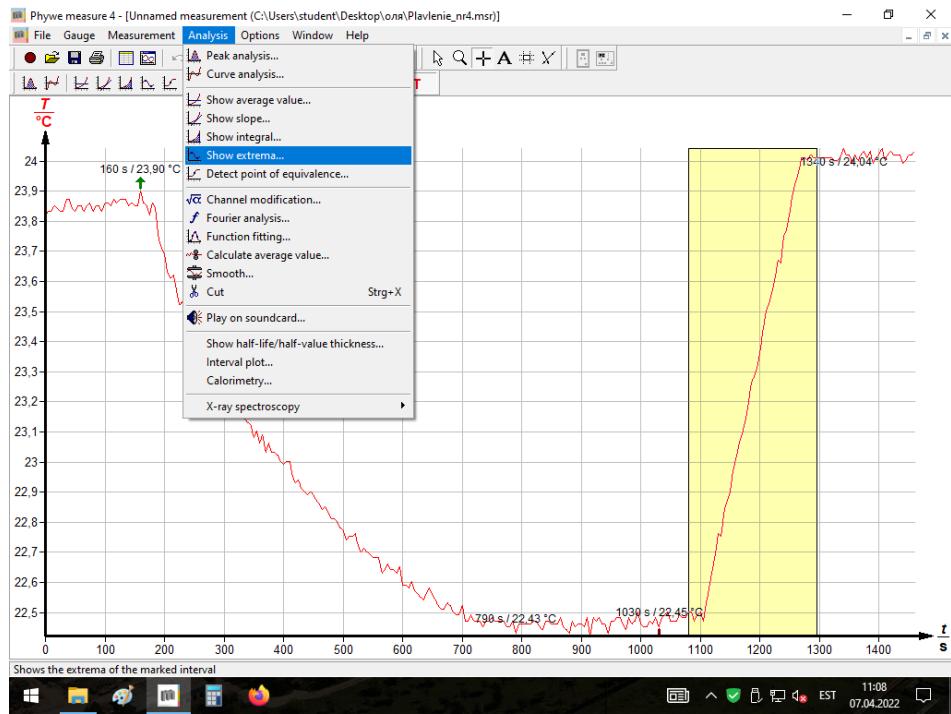
23. 3 minuti pärast peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements". Kui mõõtmise on peatatud, kuvatakse töö ajal toimunud temperatuuri muutuse graafik.
24. Määräda saadud graafikul temperatuurimuutused. Selleks valida vahekaardil Analysis vahekaart peak analyses, panna linnukese selle vasta. Temperatuuriandmed ilmuvad graafikule.

Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt temperatuuri muutuste graafiku ekraanile. Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 . Selle jaoks on vaja valida tööriistaribal nupp "Mark" (tähistatud roosa noolega) ja valitud tööriistaga märgita sundkütmuste tsooni graafikul (joonis 7) (tsoon on näidatud kollase värviga).



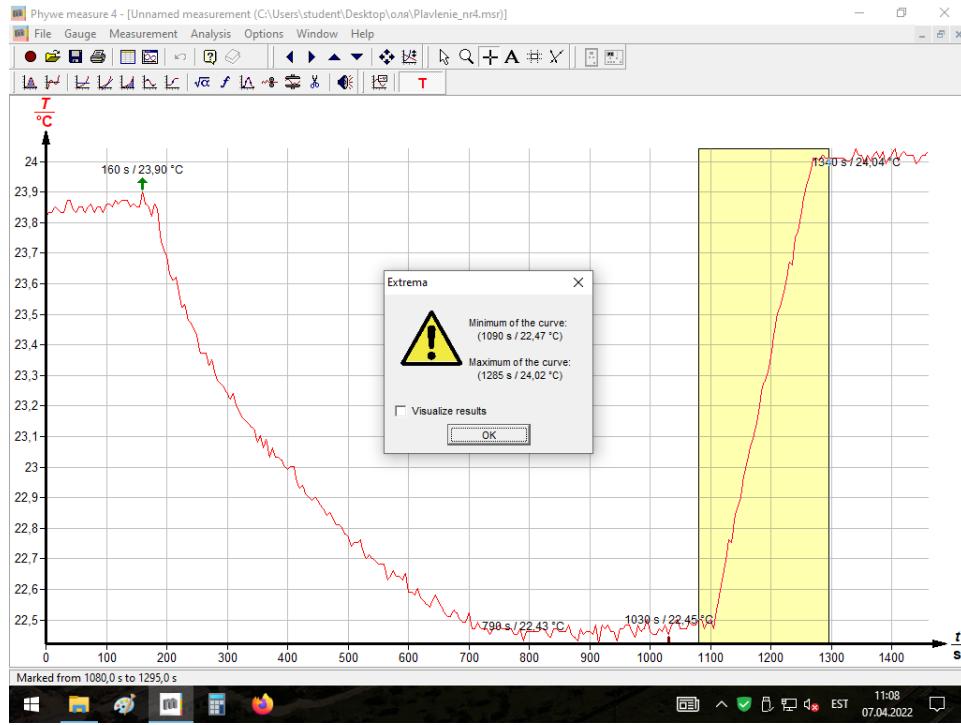
Joonis.7. Temperatuurimuutuste tsooni esiletõstmine, kasutades nuppu Mark

Valitud tsoonil klõpsata vahekaardil Analysis ja valida Show extrema (joonis 8), graafikule ilmub hüpiaken, mis näitab miinimum- ja maksimumväärtsusi selles tsoonis, nii temperatuuri kui ka muutumisaega.



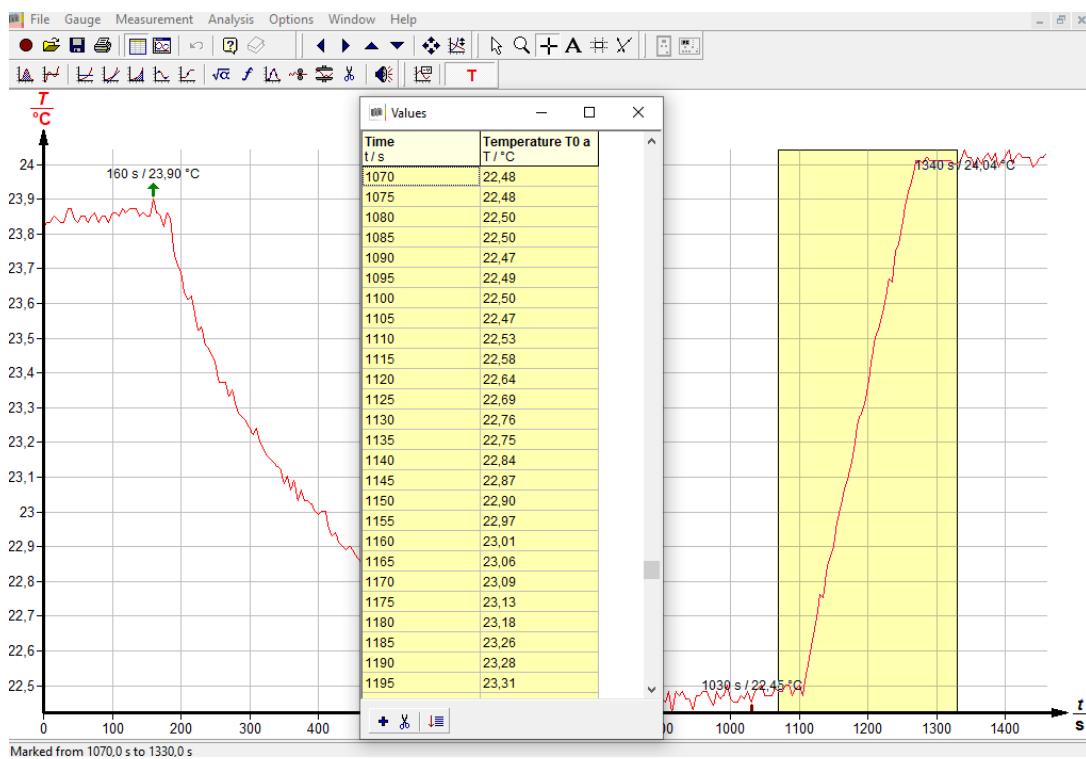
Joonis 8. Nupp Show extrema

Ekstreemväärtuste visualiseerimiseks on vaja hüpiaknas (joonis 9) panna Vizualize results vastas linnukese.



Joonis 9. Ekstreemide visualiseerimine

Graafiku järgi on vaja leida sundkütmine aega, selleks tuleb valida sundkütmine tsoon (joonis 10), teha paremklõps tabeli Data table osas. Graafiku põhjal lahutatakse valitud tsooni esimene väärus (joonis 10) (kollane värv) viimasest väärustest (s).



Joonis 10. Nupp Data table ja tabeli andmetega ilmumine

25. Printida graafik.

Arvutused:

1. Laboratoorseks tööks vajalikud reaktiivid

Nimetus	Väärtus
m(tühi silinder+dest. H ₂ O)	
m(tühi silinder+1,4-dioksaan)	
m(silinder+1,4-dioksaani jäägid)	
m(1,4-dioksaan)	

2. Temperatuuriväärtused (tühi katseklaas)

Nimetus	Väärtus
Algne temperatuur ($T_{1,\text{empty}}$)	
Temperatuur sulamise lõpus ($T_{2,\text{empty}}$)	
Temperatuur sundkuumutamise lõpus ($T_{3,\text{empty}}$)	

3. Temperatuuri väärtsused (katseklaas 1,4-dioksaaniga)

Nimetus	Väärtus
Algne temperatuur (T_1)	
Temperatuur sulamise lõpus (T_2)	
Temperatuur sundkuumutamise lõpus (T_3)	

4. Kütteks kulutatud energia väärtus, tühi katseklaas (W_{empty}).....
5. Sundkütmise aeg, tühi katseklaas ($\Delta\tau_{empty}$).....
6. Kütteks kulutatud energia väärtus (W_{el}).....
7. Sundkütmise aeg ($\Delta\tau$).....
8. Puhta aine sulamisentalpia määramine

$$Q = Q_{exp} - Q_{empty}$$

$$Q_{exp} = -Ck * \Delta\tau_{exp}$$

$$W_{el} = Ck * \Delta\tau_{cal} = Q_{cal}$$

$$Q_{exp} = W_{el} \cdot \frac{\Delta\tau_{exp}}{\Delta\tau_{cal}}$$

$$Q_{empty} = W_{el, empty} = \frac{W_{el} * \Delta\tau_{exp, empty}}{\Delta\tau_{cal, empty}}$$

kus: Q_{exp} – sulamise soojus, kJ/mol ; Q_{cal} – elektitöö, kJ/mol ;

$\Delta\tau_{exp}$ – temperatuuri erinevus sulamise protsessi ajal ($\Delta\tau_{exp} = T_1 - T_2$), $^{\circ}\text{C}$;

$\Delta\tau_{cal}$ – temperatuuri erinevus sundkütmise ajal ($\Delta\tau_{cal} = T_3 - T_2$), $^{\circ}\text{C}$;

$$\Delta H = \frac{Q}{n}$$

$$\Delta S = \frac{\Delta H}{TF}$$

kus: n – 1,4-dioksaani hulk, mol;

ΔH – molaarne sulamisentalpia, kJ/mol ;

ΔS – sulamisentroopia, $\text{J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$

TF – 284,9 K

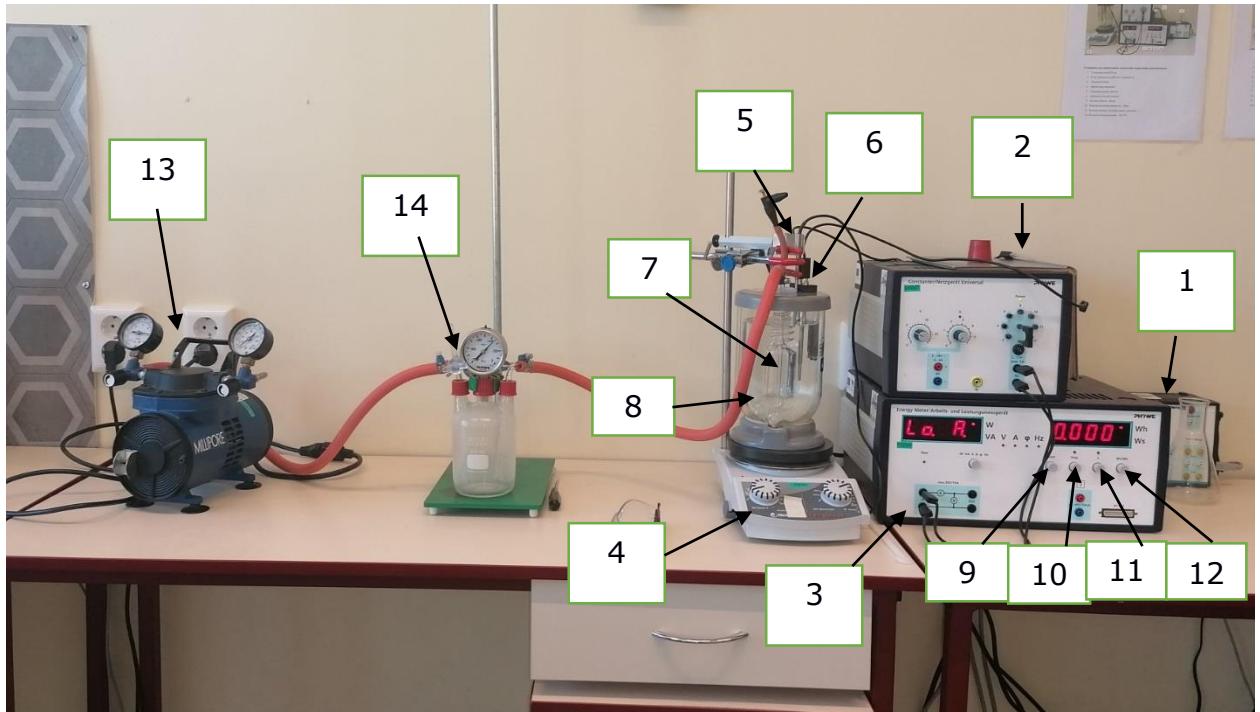
LISA 3 Laboratoorne töö 3

„Aurustumisentalpia määramine“

Laboratoorne töö

«Vedeliku aurustumisentalpia määramine»

Töö eesmärk: vedeliku aurustumisentalpia määramine vaakumpumba ja selle järgneva sundkuumutamise abil



Joonis 1. Seade vedeliku aurustumisentalpia määramiseks

Aurustumisentalpia seadme osad:

1. Temperatuuriplakk
2. Töö ja võimsuse määramise plokk
3. Põhiplokk
4. Magnetsegaja
5. Temperatuuriandur
6. Kütteelement
7. Aurustumisreservuaar
8. Kalorimeetriline seade
9. Tühistamise nupp – Reset
10. Protsessi peatamise nupp – Stop
11. Temperatuuri valimise nupp – t
12. Režiimi valimise nupp – Wh/Ws

13. Vaakumpump

14. Kaitseanum koos manomeetri ja 3-suunalise ventiiliga

Terminid: aurustumisentalpia, kondensatsiooni entalpia, sublimatsiooni entalpia, gaasirõhk, aurustumisentroopia, Clapeyron-Clausiuse võrrand, termodünaamika seadused, kalorimeetria.

Peamised põhimõtted: vedeliku aurustumine toimub koos soojuse neeldumisega. Auramisentalpia määramiseks aurustub teadaolev uuritava vedeliku mass spetsiaalses anuma õhuvoolus. Neeldunud soojuse kogus vastab aurustumisentalpiale.

Eesmärgid:

- määrata dietüüleetri aurustumise molaarne entalpia;
- arvutada aurustumise molaarsed entalpiad ja entroopiad.

Mõõtevahendid ja seadmed:

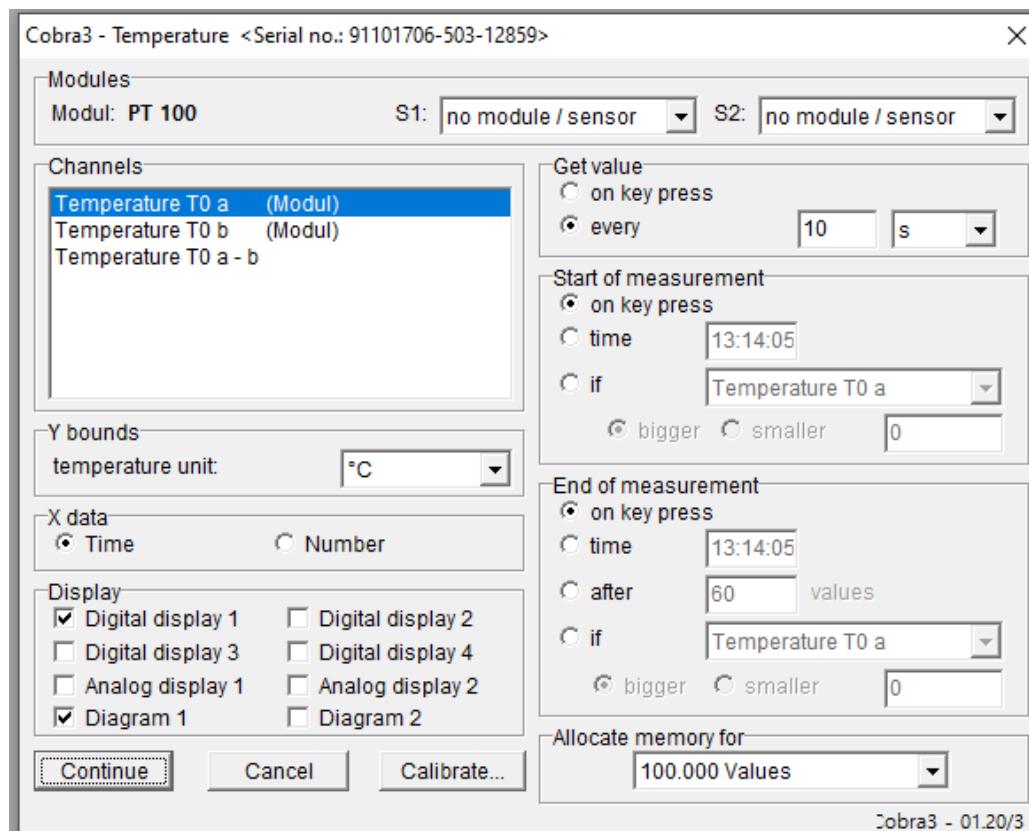
- kalorimeetriline seade;
- kalorimeetri aurustumisreservuaar;
- laboratooriumi statiiv, $h=500$ mm;
- tehnilised kaalud täpsusega 0,1 g;
- kaitseanum koos manomeetri ja 3-suunalise ventiiliga;
- vaakumpump;
- keeduklaas, 500 ml;
- keeduklaas, 50 ml;
- kummitorud, vakuum, $d=6$ mm;
- kummitorud, $d=6$ mm;
- kummiotsad;
- toruklamber, $d=12\ldots20$ mm – 5 tk;
- õhureguleerimisventiill;
- süstal, 20 ml;
- nõel süstli jaoks, 0.9x70 mm;
- kruvikeeraja;
- arvuti tarkvaraga.

Reaktiivid:

- Dietüüleeter, 15 ml;
- Destilleeritud vesi.

Töö käik:

1. Panna kokku kalorimeetrilise seade vastavalt joonisele 1. Ühendadust kütteelemendi (6) töö-ja võimsuse mõõtmise mooduliga ei nõuta.
2. Ühendada temperatuurianduri (5) temperatuuri mõõtmise mooduliga (1).
3. Täita kalorimeeter 900 g destilleeritud veega, mis mõõdetakse silindriga kaalul (0,1 g täpsusega), ja asetada veega täidetud kalorimeeter magnetsegajale, asetada täidetud kalorimeetrisse magnet ja seadistada segisti kiiruseks 750 pööret minutis (**Ärge lülitage sisse kütmist**). Seadistada kütteelemendi (6) ja temperatuurianduri (5) läbi kalorimeetri kaanes oleva ava ja kinnitada neid käpaga.
4. Käivitada töölaual programmi «Measure», valida vahekaardil «Gauge» tööriist «Cobra 3 Temperature» ja seadistada mõõtmisparameetrid vastavalt joonisele 2.



Joonis 2. Aurustumisentalpia parameetrite seadistused

5. Avanevas dialoogiaknas valida jaotuse alt Temperature T0 moodul, seejärel valida Display jaotuse alt Digital display 1 ja avanevas dialoogiaknas valida Temperature T0a. Seejärel panna märk "Diagramm 1" vastas ja valida hüpiaknas Mode jaotuse all Auto range ja vajutada OK. Jaotuses Get value panna ajaks 5 sekundit. Vajutada nuppu "Calibrate", sisestada kalorimeetris oleva termomeetri poolt mõõdetud temperatuuri väärus ilmuvasse dialoogiaknasse ja vajutada nuppu "Calibrate" ning

odata, kuni kalibreerimine on lõpetatud. Kui kalibreerimine on lõpetatud, klõpsata OK ja panna kinni dialoogiaken «Calibrate».

6. Kui kõik seadistused on tehtud, vajutada nuppu «Continue». Avanevas aknas näidatakse keskkonna temperatuur, millele järgneb temperatuuritasakaalu seadistamine.
7. Keeduklaasis (500 ml) kaalutakse: aurustumisreservuaar, millele on kinnititud oranži värviga kummist toru, läbipaistev kummist toru koos klambriga ja õhureguleerimisventiil.
8. Seejärel kinnitada läbipaistev klambriga toru mahuti küljel oleva avause külge. Võtta süstlaga 15 ml dietüüleetrit ja süstida aurustumisreservuaari läbi oranži toru. Pärast eetri sisestamist mahutisse kinnitada ülatoru külge õhureguleerimisventiilt.
9. Dietüüleetriga täidetud aurustumisreservuuari tuleb nüüd uuesti kaaluda.
10. Asetada aurustumisreservuaar kalorimeetrisse ja kinnitada see käpa abil. Eemaldada läbipaistev klambriga toru ja ühendada reservuaar vaakumvoolikuga pumba külge. Ohutuse tagamiseks seadistada pumba ja kalorimeetri vaheline kaitseanum koos manomeetriga.
11. Kui temperatuuritasakaal on saavutatud (umbes 10 min), alustada mõõtmist, vajutades nuppu "Start measurement". Veenduda, et temperatuuritasakaal on saavutatud, märkida üles T_1 .
12. Lülitada pump sisse, keerata 3-suunaline ventiil soovitud asendisse ja käivitada aurustumisprotsess, avades väga ettevaatlikult kontrollventiili. Vältida tugevat pritsimist ja keemist. Veenduda, et rõhumõõturi näit oleks -400 hPa piires.
13. Kui temperatuur on langenud umbes 1 °C võrra, sulgeda kontrollventiil, lülitada pump välja (lasta õhk kaitseanumasse!).
14. Koheselt eemaldada vaakumtoru aurustumisreservuaari õhu väljalasketoru küljest ja asendada see läbipaistva, klambriga varustatud toruga ning sulgeda.
15. Jätkata süsteemi temperatuuri mõõtmist kuni uue tasakaalu saavutamiseni ja registreerida temperatuuri T_2 .
16. Kalorimeetri summaarse soojusvõimsuse määramiseks lülitada töö- ja võimsuse mõõteseadme (seade 3) toitepinge 10 V peale (joonis 3).



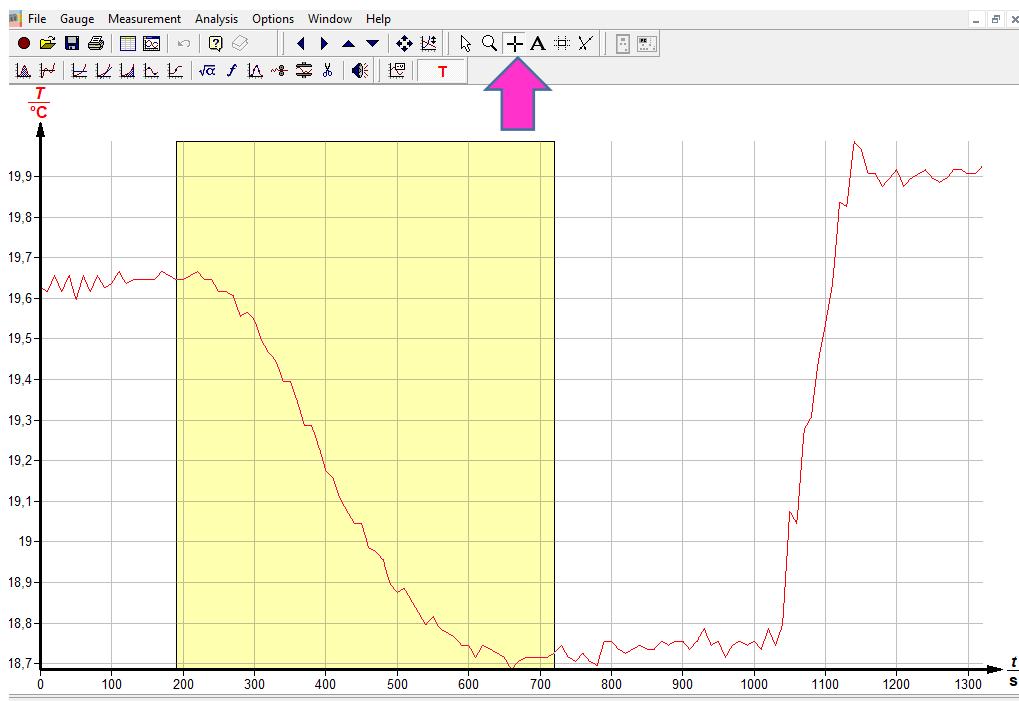
Joonis 3



Joonis 4

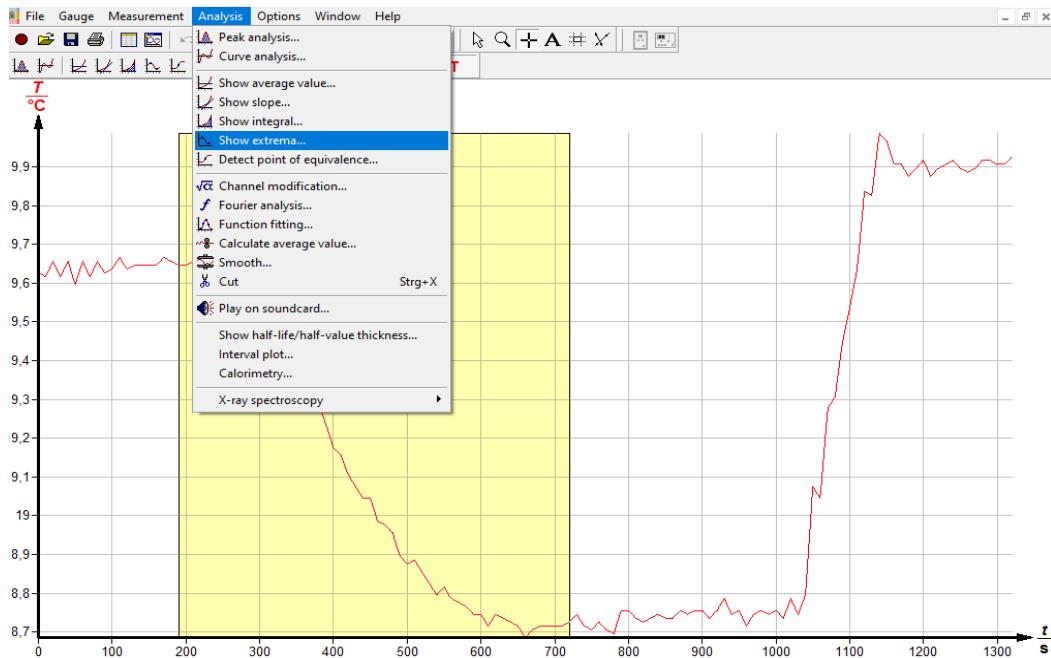
17. Vajutada nuppu "Reset" ja ühendada kütteelemendi lahtised otsad toiteallika 3 pistikupesadesse (välja) (joonis 4). Süsteem soojendab nüüd pidevalt ja seade näitab tarnitud energia kogust W (energiaploki 4 ekraanil).
18. Jätkata mõõtmist kuni väärthuseni 4000 Ws, registreerida tarnitud energia kogus W (plokk 4), vajutada nuppu "Stop". Seejärel lülitada kütmine välja (eemaldada kütteelement energiaploki 4 pistikupesast) ja eemaldada pinge seadmelt 3.
19. 3 minuti pärast peatada temperatuuri mõõtmise, vajutades programmi dialoogiaknas nuppu "Stop measurements". Kui mõõtmise on peatatud, kuvatakse töö ajal toimunud temperatuuri muutuse graafik.
20. Võtta välja aurustumisreservuaar, kuivatada salvrätikutega, asetada keeduklaasi ja kaaluda kõigi lisatarvikutega uuesti.
21. Määräda saadud graafikul temperatuurimuutused. Selleks valida vahekaardil Analysis vahekaart peak analyses, panna selle vasta linnukese. Temperatuuriandmed ilmuvad graafikule.

Pärast nupu "Stop Measurements" vajutamist kuvab programm automaatselt temperatuuri muutuste graafiku ekraanile. Selle graafiku põhjal leitakse temperatuurid T_1 , T_2 , T_3 . Selle jaoks on vaja valida tööriistaribal nupp "Mark" (tähistatud roosa noolega) ja valitud tööriistaga märgita terve graafiku (joonis 5).



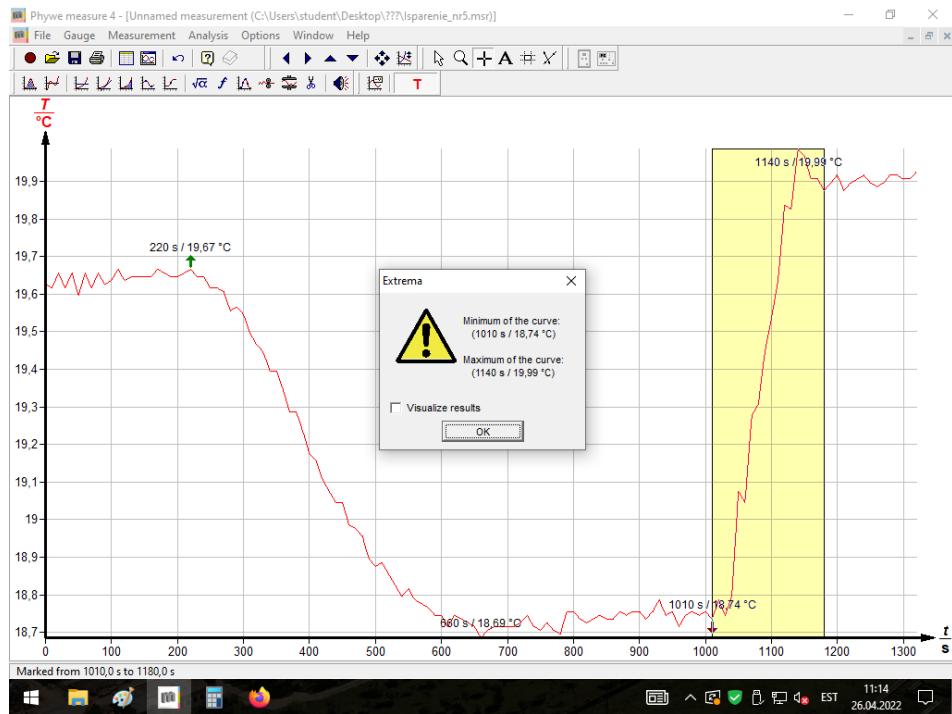
Joonis 5. Temperatuurimuutuste tsooni esiletoõstmine, kasutades nuppu Mark

Valitud tsoonil klõpsata vahekaardil Analysis ja valida Show extrema (joonis 6). Graafikule ilmub hüpikaken, mis näitab miinimum- ja maksimumväärtusi selles tsoonis, nii temperatuuri kui ka muutumisaega.



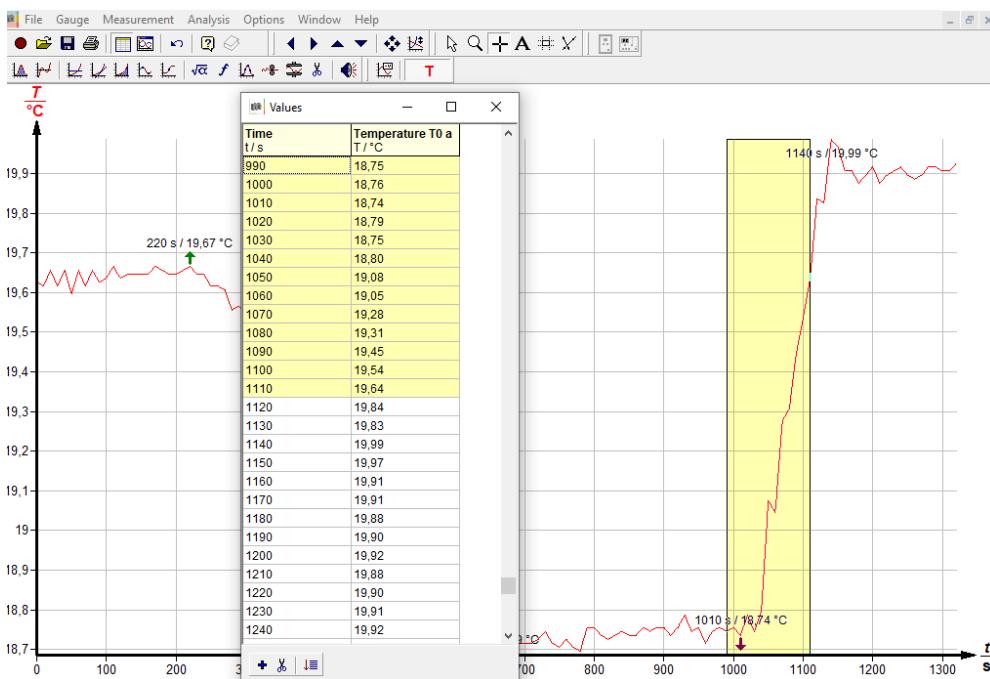
Joonis 6. Nupp Show extrema

Ekstreemväärtuste visualiseerimiseks on vaja hüpiaknas (joonis 7) panna Vizualize results vasta linnukese.



Joonis 7. Ekstreemide visualiseerimine

Graafiku järgi on vaja leida sundkütmise aega, selleks tuleb valida sundkütmise tsoon (joonis 8), teha paremklöps tabeli Data table osas. Graafiku põhjal lahutatakse valitud tsooni esimene vääratus (joonis 8) (kollane värv) viimasest väärustest (s).



Joonis 8. Nupp Data table ja tabeli andmete ilmumine

22. Printida graafik

Arvutused:

1. Laboratoorseks tööks vajalikud reaktiivid

Nimetus	Väärtus
m(tühi silinder+dest. H ₂ O)	
m(keeduklaas+aurustumisreservuaar+oranž toru+läbipaistev toru klambriga+õhureguleerimisventiil)	
m(keeduklaas+aurustumisreservuaar täidetud dietüüleetrica+oranž toru+läbipaistev toru klambriga+õhureguleerimisventiil)	
m(keeduklaas+aurustumisreservuaar dietüüleetri jäagid+oranž toru+läbipaistev toru klambriga+õhureguleerimisventiil)	
m(dietüüleeter)	

2. Temperatuuride andmed

Nimetus	Väärtus
Algne temperatuur (T ₁)	
Temperatuur aurustumise lõpus (T ₂)	
Temperatuur sundkuumutamise lõpus (T ₃)	

3. Kütteks kulutatud energia väärtus (W).....
4. Sundkütmise aeg ($\Delta\tau$).....
5. Vedeliku aurustumisentalpia määramine

$$\Delta vS = \frac{\Delta vH}{Tv}$$

$$\Delta vH = \Delta vS * Tv$$

$$\Delta vH = \frac{\Delta vh}{n}$$

$$\Delta vh = - Ck * \Delta T_V$$

$$Ck = \frac{W_{el}}{\Delta T_{el}}$$

$$\Delta vH = - C_k * \Delta T_V * \frac{m}{M}$$

$$\Delta_vH = - W_{el} * \frac{\Delta T_V}{\Delta T_{el}} * \frac{m}{M}$$

kus: ΔT_V – temperatuuri erinevus aurustumise ajal ($\Delta T_V = T_1 - T_2$), °C

ΔT_{el} – temperatuuri erinevus sundkütmise ajal ($\Delta T_{el} = T_3 - T_2$), °C

W_{el} – kütteks kulutatud energia väärtus

n – dietüüleetri hulk (m/M)

ΔvH – aurustumisentalpia

ΔvS – aurustumisentroopia

LISA 4 Ohutuskaart KOH

Ohutuskaart

määruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



Kaaliühdroksiidi lahus ROTI®Volum 0,1 mol/l - 0,1 N

toote number: CN53
Versioon: 1.0 et

koostamise kuupäev: 18.08.2021

1. JAGU: Aine/segu ning äriühingu/ettevõtja identifitseerimine

1.1 Tootetähis

Aine identifitseerimine **Kaaliühdroksiidi lahus ROTI®Volum 0,1 mol/l - 0,1 N**

Toote number **CN53**

Registreerimisnumber (REACH) **mitte tähtsust omav (segu)**

1.2 Aine või segu asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad ning kasutusalad, mida ei soovitata

Asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad: **Laborikemikaal
Laboratoorne ja analüütiline kasutus**

Kasutusalad, mida ei soovitata: **Mitte kasutada pritsimiseks või pihustamiseks.
Mitte kasutada toodetel, mis satuvad nahaga
otsesesse kontakti. Mitte kasutada toodetel, mis
satuvad toiduaineteega kontakti. Mitte kasutada
isiklikel eesmärkides (majapidamises).**

1.3 Andmed ohutuskaardi tarnija kohta

Carl Roth GmbH + Co KG
Schoenperlenstr. 3-5
D-76185 Karlsruhe
Saksamaa

Telefon: +49 (0) 721 - 56 06 0
Faks: +49 (0) 721 - 56 06 149
e-kiri: sicherheit@carlroth.de
Veebilehekülg: www.carlroth.de

Ohutuskaardi koostamise eest vastutava pädev
isik: **:Department Health, Safety and Environment**

e-post (pädev isik): **sicherheit@carlroth.de**

Tarnija (importija):
Akrom-Ex Inc.
Vee 2, Märja
61406 Tartumaa
+372 5520624
-
akro@akrom.ee
www.akrom.ee

1.4 Hädaabitelefoninumber

Nimetus	Tänav	Sihtnumb er/linn	Telefon	Veebilehekülg
Mürgistusteabekeskus	Paldiski 81	10617 Tallinn	16662	http:// www.16662.ee

1.5 Importija

Akrom-Ex Inc.
Vee 2, Märja
61406 Tartumaa
Eesti

Telefon: +372 5520624
Faks: -
e-Kiri: akro@akrom.ee

Eesti (et)

Lehekülg 1 / 17

Ohutuskaart

määruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



Kaaliumhüdroksiidi lahus ROTI®Volum 0,1 mol/l - 0,1 N

toote number: CN53

Veeblehekülg: www.akrom.ee

2. JAGU: Ohtude identifitseerimine

2.1 Aine või segu klassifitseerimine

Klassifitseerimine määruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Jagu	Ohuklass	Kategooria	Ohuklass ja ohukategooria	Ohulause
2.16	Metalli söövitav aine või segu	1	Met. Corr. 1	H290
3.2	Nahasöötus/-ärritus	1A	Skin Corr. 1A	H314
3.3	Raske silmakahjustus/silmade ärritus	1	Eye Dam. 1	H318

Lühendite täistekstid: vt 16. JAGU

Kõige olulisemad kahjulikud füüsikalised-keemilised mõjud, mõju inimeste tervisele ja keskkonnale

Nahasöötus tekitab pöördumatu nahakahjustuse, st nähtava marrasknahast kuni pärisnahani ulatuvana nekroosi.

2.2 Märgistuselementid

Märgistus määruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Tunnussõna

Ettevaatust

Piktogrammid

GHS05



Ohulaused

H290

Võib söövittada metallile

H314

Põhjustab rasket nahasöötust ja silmakahjustust

Hoiatuslaused

Hoiatuslaused - ennetamine

P280

Kanda kaitsekindaid/kaitseprille/kaitsemaski

Hoiatuslaused - reageerimine

P303+P361+P353

NAHALE (või juustele) SATTUMISE KORRAL: kõik saastunud rõivad viivitamata seljast võtta. Loputada nahka veega [või loputada duši all]

P305+P351+P338

SILMA SATTUMISE KORRAL: loputada mitme minuti jooksul ettevaatlilikult veega. Eemaldada kontaktläätised, kui neid kasutatakse ja kui neid on kerge eemaldada. Loputada veel kord

P310

Võtta viivitamata ühendust MÜRGISTUSTEABEKESKUSE/arstiga

Ohtlikud koostisained märgistamiseks:

Kaaliumhüdroksiidi

Selliste pakendite märgistamine, mille maht ei ületa 125 ml

Tunnussõna: Ettevaatust

Ohutuskaart

määäruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



Kaaliühidroksiidi lahust ROTI®Volum 0,1 mol/l - 0,1 N

toote number: CN53

Sümbol(id)



H314 Pöhjustab rasket nahasöövitust ja silmakahjustusi.

P280 Kanda kaitsekindaid/kaitseprille/kaitsemaski.
P303+P361+P353 NAHALE (või juustele) SATTUMISE KORRAL: kõik saastunud rõivad viivitamata seljast võtta. Loputada nahka veega või loputada duši all.

P305+P351+P338 SILMA SATTUMISE KORRAL: loputada mitme minuti jooksul ettevaatlikult veega. Eemaldada kontaktläätsed, kui neid kasutatakse ja kui neid on kerge eemaldada. Loputada veel kord.

P310 Võtta viivitamata ühendust MÜRGISTUSTEABEKESKUSE/ärstiga.
sisaldab: Kaaliühidroksiid

2.3 Muud ohud

Püsivate, bioakumuleeruvate ja toksiliste ning väga püsivate ja väga bioakumuleeruvate omaduste hindamine

Segu ei sisalda püsivaks, bioakumuleeruvaks ja toksiliseks PBT ega väga püsivaks ja väga bioakumuleeruvaks vPvB hinnatud aineid.

3. JAGU: Koostis/teave koostisainete kohta

3.1 Ained

mitte tähtsust omav (segu)

3.2 Segud

Segu kirjelus

Aine nimetus	Tootetähis	Kaalu-%	Klassifitseerimine GHS kohaselt	Piktogrammid	Märkmed
Kaaliühidroksiid	CASI nr. 1310-58-3 EÜ nr 215-181-3 Indeks nr. 019-002-00-8 Reg. nr REACH 01-2119487136-33-xxxx	10 – 25	Met. Corr. 1 / H290 Acute Tox. 4 / H302 Skin Corr. 1A / H314 Eye Dam. 1 / H318	 	

Aine nimetus	Tootetähis	Konkreetsed sisalduse piirväärtused	Korrutuste gurid	ATE	Kokkupuute viis
Kaaliühidroksiid	CASI nr. 1310-58-3 EÜ nr 215-181-3 Indeks nr. 019-002-00-8	Skin Corr. 1A; H314: C ≥ 5 % Skin Corr. 1B; H314: 2 % ≤ C < 5 % Skin Irrit. 2; H315: 0,5 % ≤ C < 2 % Eye Dam. 1; H318: C ≥ 2 % Eye Irrit. 2; H319: 0,5 % ≤ C < 2 %	-	333 mg/kg	suukaudne

Lühendite täistekstid: vt 16. JAGU

LISA 5 Ohutuskaart HCl

Ohutuskaart

määruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



HCl alkoholi lahus 0,75% HCl etanoolis, kasutamiseks valmis, histoloogia jaoks

toote number: 9969
Versioon: 1.0 et

koostamise kuupäev: 15.09.2021

1. JAGU: Aine/segu ning äriühingu/ettevõtja identifitseerimine

1.1 Tootetähis

Aine identifitseerimine	HCl alkoholi lahus 0,75% HCl etanoolis, kasutamiseks valmis, histoloogia jaoks
Toote number	9969
Registreerimisnumber (REACH)	mitte tähtsust omav (segu)

1.2 Aine või segu asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad ning kasutusalad, mida ei soovitata

Asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad:	Laborikemikaal Laboratoorne ja analütiline kasutus
Kasutusalad, mida ei soovitata:	Mitte kasutada toodetel, mis satuvad toiduainetega kontakti. Mitte kasutada isiklikel eesmärkides (majapidamises).

1.3 Andmed ohutuskaardi tarnija kohta

Carl Roth GmbH + Co KG
Schoemperlenstr. 3-5
D-76185 Karlsruhe
Saksamaa

Telefon: +49 (0) 721 - 56 06 0
Faks: +49 (0) 721 - 56 06 149
e-kiri: sicherheit@carlroth.de
Veebilehekülg: www.carlroth.de

Ohutuskaardi koostamise eest vastutava pädev isik:

:Department Health, Safety and Environment

e-post (pädev isik):

sicherheit@carlroth.de

Tarnija (importija):

Akrom-Ex Inc.
Vee 2, Märja
61406 Tartumaa
+372 5520624
-
akro@akrom.ee
www.akrom.ee

1.4 Hädaabitelefoninumber

Nimetus	Tänav	Sihtnumbrer/linn	Telefon	Veebilehekülg
Mürgistusteabekeskus	Paldiski 81	10617 Tallinn	16662	http:// www.16662.ee

1.5 Importija

Akrom-Ex Inc.
Vee 2, Märja
61406 Tartumaa
Eesti

Telefon: +372 5520624
Faks: -
e-Kiri: akro@akrom.ee
Veebilehekülg: www.akrom.ee

Ohutuskaart

määäruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



HCl alkoholi lahus 0,75% HCl etanoolis, kasutamiseks valmis, histoloogia jaoks

toote number: 9969

2. JAGU: Ohtude identifitseerimine

2.1 Aine või segu klassifitseerimine

Klassifitseerimine määäruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Jagu	Ohuklass	Kategooria	Ohuklass ja ohukategooria	Ohulause
2.6	Tuleohtlik vedelik	2	Flam. Liq. 2	H225
2.16	Metalli söövitav aine või segu	1	Met. Corr. 1	H290
3.3	Raske silmakahtustus/silmade ärritus	2	Eye Irrit. 2	H319

Lühendite täistekstid: vt 16. JAGU

Kõige olulisemad kahjulikud füüsikalised-keemilised möjud, möju inimeste tervisele ja keskkonnale

Toode on süttiv ja võib süttida potentsiaalse sütteallikatte töltu.

2.2 Märgistuselementid

Märgistus määäruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Tunnusõna

Ettevaatust

Piktogrammid

GHS02, GHS05



Ohulaused

- H225 Väga tuleohtlik vedelik ja aur
H290 Võib söövitada metallile
H319 Põhjustab tugevat silmade ärritust

Hoiatuslaused

Hoiatuslaused - ennetamine

- P210 Hoida eemal soojusallikast, sädemestest, leekidest, kuumadest pindadest. Mitte suitsetada
P233 Hoida pakend tihedalt suletuna
P280 Kanda kaitsekindaid/kaitseprille

Hoiatuslaused - reageerimine

- P305+P351+P338 SILMA SATTUMISE KORRAL: loputada mitme minuti jooksul ettevaatlikult veega. Eemaldada kontaktlätsed, kui neid kasutatakse ja kui neid on kerge eemaldada. Loputada veel kord

Selliste pakendite märgistamine, mille maht ei ületa 125 ml

Tunnusõna: Ettevaatust

Sümbol(id)



Ohutuskaart

määäruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



HCl alkoholi lahus 0,75% HCl etanoolis, kasutamiseks valmis, histoloogia jaoks

toote number: **9969**

2.3 Muud ohud

Püsivate, bioakumuleeruvate ja toksiliste ning väga püsivate ja väga bioakumuleeruvate omaduste hindamine

Segu ei sisalda püsivaks, bioakumuleeruvaks ja toksiliseks PBT ega väga püsivaks ja väga bioakumuleeruvaks vPvB hinnatud aineid.

3. JAGU: Koostis/teave koostisainete kohta

3.1 Ained

mitte tähtsus omav (segu)

3.2 Segud

Segu kirjelus

Aine nimetus	Tootetähis	Kaalu-%	Klassifitseerimine GHS kohaselt	Piktogrammid	Märkmed
Etanool	CASi nr. 64-17-5 EÜ nr 200-578-6 Indeks nr. 603-002-00-5 Reg. nr REACH 01-2119457610-43-xxxx	35 - 70	Flam. Liq. 2 / H225 Eye Irrit. 2 / H319		GHS-HC IARC: 1
Vesinikkloriidhape . . . %	CASi nr. 7647-01-0 EÜ nr 231-595-7 Indeks nr. 017-002-01-X Reg. nr REACH 01-2119484862-27-xxxx	0,75	Met. Corr. 1 / H290 Skin Corr. 1B / H314 Eye Dam. 1 / H318 STOT SE 3 / H335		B(a) GHS-HC IOELV

Märkmed

B(a): Klassifikatsioon viitab vesilahusele

GHS-HC: Harmoniseeritud klassifikatsioon (aine klassifikatsioon on vastavuses sissekandega nimekirjas 1272/2008/EÜ, VI lisa kohaselt)

IARC: 1: IARC grupp 1: inimestele kantserogeneenne (Rahvusvaheline Vähiuuringute Agentuur)

IOELV: Töökeskkonnas leiduva soovitusliku ühenduse piirnoriga aine

Aine nimetus	Tootetähis	Konkreetsed sisalduse piirväärtused	Korrutuste gurid	ATE	Kokkupuute viis
Vesinikkloriidhape . . . %	CASi nr. 7647-01-0 EÜ nr 231-595-7 Indeks nr. 017-002-01-X	Met. Corr. 1; H290: C ≥ 0,1 % Skin Corr. 1B; H314: C ≥ 25 % Skin Irrit. 2; H315: 10 % ≤ C < 25 % Eye Dam. 1; H318: C ≥ 25 % Eye Irrit. 2; H319: 10 % ≤ C < 25 % STOT SE 3; H335: C ≥ 10 %	-	-	

Lühendite täistekstid: vt 16. JAGU

LISA 6 Ohutuskaart 1,4-DIOXANE

Ohutuskaart

määruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



1,4-Dioksaan ROTISOLV® HPLC, stabiliseerimata

toote number: X949

Versioon: 4.0 et

Asendab versiooni: 05.08.2021

Versioon: (3)

koostamise kuupäev: 04.11.2016

Muudetud: 15.10.2021

1. JAGU: Aine/segu ning äriühingu/ettevõtja identifitseerimine

1.1 Tootetähis

Aine identifitseerimine	1,4-Dioksaan ROTISOLV® HPLC, stabiliseerimata
Toote number	X949
Registreerimisnumber (REACH)	01-2119462837-26-xxxx
Indeksinumber CLP-määruse VI lisas	603-024-00-5
EÜ number	204-661-8
CASi number	123-91-1
Alternatiivne(sed) nimetus(ed)	1,4-Dietüleendioksiid

1.2 Aine või segu asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad ning kasutusalad, mida ei soovitata

Asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad:	Laborikemikaal Laboratoorne ja analütiline kasutus
Kasutusalad, mida ei soovitata:	Mitte kasutada toodetel, mis satuvad toiduainetega kontakti. Mitte kasutada isiklikeks eesmärkides (majapidamises).

1.3 Andmed ohutuskaardi tarnija kohta

Carl Roth GmbH + Co KG
Schoenperlenstr. 3-5
D-76185 Karlsruhe
Saksamaa

Telefon: +49 (0) 721 - 56 06 0
Faks: +49 (0) 721 - 56 06 149
e-kiri: sicherheit@carlroth.de
Veebilehekülg: www.carlroth.de

Ohutuskaardi koostamise eest vastutava pädev isik: :Department Health, Safety and Environment

e-post (pädev isik): sicherheit@carlroth.de

Tarnija (importija):

Akrom-Ex Inc.

Vee 2, Märija

61406 Tartumaa

+372 5520624

-

akro@akrom.ee

www.akrom.ee

1.4 Hädaabitelefoninumber

Nimetus	Tänav	Sihnumbr er/linn	Telefon	Veebilehekülg
Mürgistusteabekeskus	Paldiski 81	10617 Tallinn	16662	http://www.16662.ee

Ohutuskaart

määäruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



1,4-Dioksaan ROTISOLV® HPLC, stabiliseerimata

toote number: X949

1.5 Importija

Akrom-Ex Inc.
Vee 2, Märja
61406 Tartumaa
Eesti

Telefon: +372 5520624

Faks: -

e-Kiri: akro@akrom.ee

Veebilehekülg: www.akrom.ee

2. JAGU: Ohtude identifitseerimine

2.1 Aine või segu klassifitseerimine

Klassifitseerimine määäruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Jagu	Ohuklass	Kategooria	Ohuklass ja ohukategooria	Ohulause
2.6	Tuleohtlik vedelik	2	Flam. Liq. 2	H225
3.3	Raske silmakahtustus/silmade ärritus	2	Eye Irrit. 2	H319
3.6	Kantserogeensus	1B	Carc. 1B	H350
3.8R	Mürgisus siitelundi suhtes - ühekordne kokkupuude (hingamisteede ärritus)	3	STOT SE 3	H335

Täiendav ohuteave

Kood	Täiendav ohuteave
EUH019	võib moodustada plahvatusohtlikke peroksiide
EUH066	korduv kokkupuude võib põhjustada naha kuivust või lõhenemist

Lühendite täistekstid: vt 16. JAGU

Kõige olulisemad kahjulikud füüsikalised-keemilised möjud, möju inimestele tervisele ja keskkonnale

Toode on süttiv ja võib süttida potentsiaalsele sütteallikatte töltu.

2.2 Märgistuselementid

Märgistus määäruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Tunnussõna

Ettevaatust

Piktogrammid

GHS02, GHS07,
GHS08



Ohulaused

H225

Väga tuleohtlik vedelik ja aur

H319

Põhjustab tugevat silmade ärritust

H335

Võib põhjustada hingamisteede ärritust

H350

Võib põhjustada vähktõbe

Ohutuskaart

määäruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH) kohaselt



1,4-Dioksaan ROTISOLV® HPLC, stabiliseerimata

toote number: X949

Hoiatuslaused

Hoiatuslaused - ennetamine

- P210 Hoida eemal soojusallikast, kuumadest pindadest, sädemetest, leekidest ja muudest süüteallikatest. Mitte suitsetada
P261 Vältida udu/auru/pihustatud aine sisseehingamist
P280 Kanda kaitsekindaid/kaitseprille/kaitsemaski

Hoiatuslaused - reageerimine

- P304+P340 SISSEEHINGAMISE KORRAL: toimetada isik värske õhu kätte ja hoida asendis, mis võimaldab kergesti hingata
P305+P351+P338 SILMA SATTUMISE KORRAL: loputada mitme minuti jooksul ettevaatlikult veega. Eemaldada kontaktläätsed, kui neid kasutatakse ja kui neid on kerge eemaldada. Loputada veel kord
P308+P313 Kokkupuute või kokkupuutekaatluse korral: pöörduda arsti poole

Üksnes kutsealaseks kasutamiseks

Täiendav ohuteave

- EUH019 Võib moodustada plahvatusohtlikke peroksiide.
EUH066 Korduv kokkupuude võib põhjustada naha kuivust või lõhenemist.

Selliste pakendite märgistamine, mille maht ei ületa 125 ml

Tunnussõna: Ettevaatust

Sümbol(id)



- H350 Võib põhjustada vähktöbe.
P280 Kanda kaitsekindaid/kaitseprille/kaitsemaski.
P308+P313 Kokkupuute või kokkupuutekaatluse korral: pöörduda arsti poole.
EUH019 Võib moodustada plahvatusohtlikke peroksiide.
EUH066 Korduv kokkupuude võib põhjustada naha kuivust või lõhenemist.

2.3 Muud ohud

Püsivate, bioakumuleeruvate ja toksiliste ning väga püsivate ja väga bioakumuleeruvate omaduste hindamine

Hindamistulemuste kohaselt ei ole see aine püsiv, bioakumuleeruv ja toksiline PBT ega väga püsiv ja väga bioakumuleeruv vPvB.

3. JAGU: Koostis/teave koostisainete kohta

3.1 Ained

Aine nimetus	1,4-Dioksaan
Molekulivalem	C ₄ H ₈ O ₂
Molaarmass	88,11 g/mol
Reg. nr REACH	01-2119462837-26-xxxx
CASi nr.	123-91-1
EÜ nr	204-661-8
Indeks nr.	603-024-00-5

LISA 7 Ohutuskaart DIETÜLEETER

Ohutuskaart

määruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH kohaselt, muudetud 2015/830/EL)



Dietüleeter ≥99,5 %, Ph.Eur. stabiliseeritud

toote number: **8810**

Versioon: **2.1 et**

Asendab versiooni:: 28.01.2020

Versioon: (2)

koostamise kuupäev: 07.12.2015

Muudetud: 02.04.2020

1. JAGU: Aine/segu ning äriühingu/ettevõtja identifitseerimine

1.1 Tootetähis

Aine identifitseerimine	Dietüleeter
Toote number	8810
Registreerimisnumber (REACH)	01-2119535785-29-xxxx
Indeks nr.	603-022-00-4
EÜ number	200-467-2
CASI number	60-29-7

1.2 Aine või segu asjaomased kindlaksmääratud kasutusalad ning kasutusalad, mida ei soovitata

Kindlaksmääratud kasutusalad:	laborikemikaal laboratoorne ja analüütiline kasutus
-------------------------------	--------------------------------------------------------

1.3 Andmed ohutuskaardi tarnija kohta

Carl Roth GmbH + Co KG
Schoemperlenstr. 3-5
D-76185 Karlsruhe
Saksamaa

Telefon: +49 (0) 721 - 56 06 0

Faks: +49 (0) 721 - 56 06 149

e-kiri: sicherheit@carlroth.de

Veebilehekülg: www.carlroth.de

Ohutuskaardi koostamise eest vastutava pädev
isik:

: Department Health, Safety and Environment

e-post (pädev isik):

sicherheit@carlroth.de

1.4 Hädaabitelefoninumber

Nimetus	Tänav	Sihlumber/linn	Telefon	Veebilehekülg
Mürgistusteabekeskus	Paldiski 81	10617 Tallinn	16662	http://www.16662.ee

2. JAGU: Ohtude identifitseerimine

2.1 Aine või segu klassifitseerimine

Klassifitseerimine määruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Klassifitseerimine GHS kohaselt			
Jagu	Ohuklass	Ohuklass ja ohukategooria	Ohulause
2.6	tuleohtlik vedelik	(Flam. Liq. 1)	H224
3.1O	äge mürgisus (suukaudne)	(Acute Tox. 4)	H302
3.8D	mürgisus sihtelundi suhtes – ühekordne kokkupuude (narkootiline toime, unisus)	(STOT SE 3)	H336

Ohutuskaart

määäruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH kohaselt, muudetud 2015/830/EL)



Dietüüleeter ≥99,5 %, Ph.Eur. stabiliseeritud

toote number: 8810

Täiendav ohuteave

Kood	Täiendav ohuteave
EUH019	võib moodustada plahvatusohtlikke peroksiide
EUH066	korduv kokkupuude võib põhjustada naha kuivust või lõhenemist

Kõige olulisemad kahjulikud füüsikalised-keemilised mõjud, mõju inimeste tervisele ja keskkonnale

Narkootiline toime.

2.2 Märgistuselementid

Märgistus määäruse (EÜ) nr 1272/2008 (CLP) kohaselt

Tunnussõna

Ettevaatust

Piktogrammid

GHS02, GHS07



Ohulaused

- H224 Eriti tuleohtlik vedelik ja aur
H302 Allaneelamisel kahjulik
H336 Võib põhjustada unisust või peapööritust

Hoiatuslaused

Hoiatuslaused - ennetamine

- P210 Hoida eemal soojusallikast, kuumadest pindadest, sädemestest, leekidest ja muudest süüteallikatest. Mitte suitsetada.
P243 Rakendada abinöüsuid staatilise elektri vältimiseks.
P261 Vältida tolmu/suitsu/gaasi/udu/auru/pihustatud aine sissehingamist.

Hoiatuslaused - reageerimine

- P303+P361+P353 NAHALE (või juustele) SATTUMISE KORRAL: kõik saastunud röivid viivitamata seljast võtta. Loputada nahka veega [või loputada duši all].
P304+P340 SISSEHINGAMISE KORRAL: toimetada isik värské õhu kätte ja hoida asendis, mis võimaldab kergesti hingata.
P312 Halva enesetunde korral võtta ühendust MÜRGISTUSTEABEKESKUSEGA/arstiga.

Täiendav ohuteave

- EUH019 Võib moodustada plahvatusohtlikke peroksiide.
EUH066 Korduv kokkupuude võib põhjustada naha kuivust või lõhenemist.

Selliste pakendite märgistamine, mille maht ei ületa 125 ml

Tunnussõna: Ettevaatust

Sümbol(id)



H224

Eriti tuleohtlik vedelik ja aur.

Ohutuskaart

määruse (EÜ) nr 1907/2006 (REACH kohaselt, muudetud 2015/830/EL)



Dietüleeter ≥99,5 %, Ph.Eur. stabiliseeritud

toote number: 8810

P210	Hoida eemal soojusallikast, kuumadest pindadest, sädemestest, leekidest ja muudest süuteallikatest. Mitte suitsetada.
P243	Rakendada abinõusid staatilise elektri välimiseks.
P303+P361+P353	NAHALE (või juustele) SATTUMISE KORRAL: kõik saastunud röivad viivitamata seljast võtta. Loputada nahka veega või loputada duši all.
EUH019	Võib moodustada plahvatusohtlikke peroksiide.
EUH066	Korduv kokkupuude võib põhjustada naha kuivust või lõhenemist.

2.3 Muud ohud

Lisainformatsioon puudub.

3. JAGU: Koostis/teave koostisainete kohta

3.1 Ained

Aine nimetus	Dietüleeter
Indeks nr.	603-022-00-4
Registreerimisnumber (REACH)	01-2119535785-29-xxxx
EÜ number	200-467-2
CASi number	60-29-7
Molekulivalem	C ₄ H ₁₀ O
Molaarmass	74,12 g/mol

Lisandid ja lisained, klassifikatsioon EL eeskirja kohaselt

Aine nimetus	Tootetähis	Kaalu-%	Klassifitseerimine 1272/2008/EÜ kohaselt
Butülhüdroksütolueen	CASI nr. 128-37-0 EÜ nr 204-881-4	0,1	Aquatic Acute 1 / H400 Aquatic Chronic 1 / H410

4. JAGU: Esmaabimeetmed

4.1 Esmaabimeetmete kirjeldus



Üldmärkused

Võtta saastunud röivad seljast.

Pärast sissehingamist

Tagada värske õhk. Kahtluse korral või kui sümpтомid ei kao, pöörduda arsti poole.

Pärast kokkupuudet nahaga

Loputada nahka veega/loputada duši all.

Pärast silma sattumist

Loputada mitme minuti jooksul ettevaatlikult veega. Kahtluse korral või kui sümpтомid ei kao, pöörduda arsti poole.