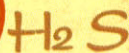


ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΕΘΝΙΚΗΣ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΠΑΙΔΑΓΩΓΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ

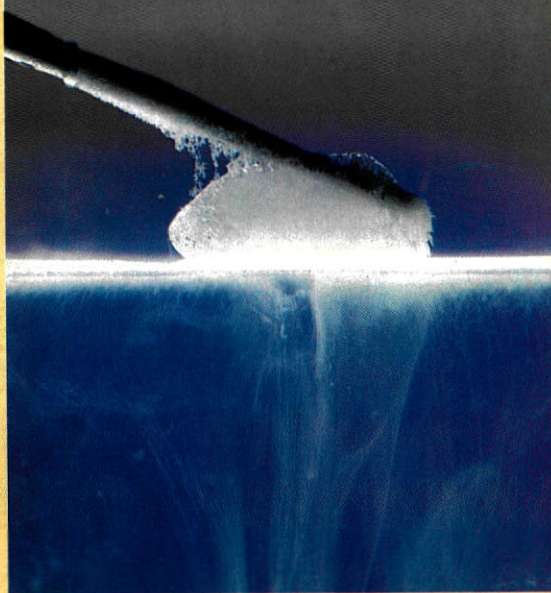
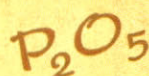
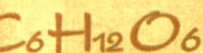
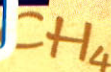


ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΣ ΟΔΗΓΟΣ

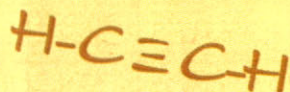


Χημεία

γ' λυκείου



ΚΑΤΕΥΘΥΝΣΗΣ



ΟΡΓΑΝΙΣΜΟΣ ΕΚΔΟΣΕΩΝ ΔΙΔΑΚΤΙΚΩΝ ΒΙΒΛΙΩΝ

ΑΘΗΝΑ

Στέλιος Λιοδάκης

Δημήτρης Γάκης

εργαστηριακός οδηγός

χημείας

γ' λυκείου, κατεύθυνσης

Επιστημονικός υπεύθυνος- Διεύθυνση Ομάδων Εργασίας:
ΣΤΕΛΙΟΣ. ΛΙΟΔΑΚΗΣ

Ομάδα συγγραφής

ΣΤΕΛΙΟΣ. ΛΙΟΔΑΚΗΣ, Δρ. Χημικός, Επίκουρος Καθηγητής ΕΜΠ
ΔΗΜΗΤΡΗΣ. ΓΑΚΗΣ, Δρ. Χημικός Μηχανικός, Λέκτορας ΕΜΠ

Ομάδα Τεχνικής Υποστήριξης:

ΣΤΑΘΗΣ ΣΙΑΝΟΣ Χημικός Μηχανικός Ε.Μ.Π.

ANNA ΓΑΚΗ, φοιτήτρια στη σχολή Χημικών Μηχανικών ΕΜΠ

ΗΡΑΚΛΗΣ ΑΓΙΟΒΛΑΣΙΤΗΣ, φοιτητής στη σχολή Χημικών Μηχανικών ΕΜΠ

ΒΛΑΣΗΣ ΠΑΠΑΝΙΚΟΛΑΟΥ, φοιτητής στη σχολή Ηλεκτρολόγων Μηχανικών ΕΜΠ

ΥΠΕΥΘΥΝΟΙ ΣΤΟ ΠΛΑΙΣΙΟ ΤΟΥ ΠΑΙΔΑΓΩΓΙΚΟΥ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟΥ

Αντώνιος Σ. Μπομπέτσης, Χημικός M.E.d., Ph.D., Σύμβουλος Π.Ι.,
Βασιλική Ν. Περάκη, Δρ. Βιολογίας, Μόνιμη Πάρεδρος Π.Ι.

ΟΔΗΓΙΕΣ ΓΙΑ ΤΗ ΧΡΗΣΗ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΥ ΟΔΗΓΟΥ ΓΙΑ ΤΗΝ ΕΚΤΕΛΕΣΗ ΤΩΝ ΠΕΙΡΑΜΑΤΩΝ

Ο εργαστηριακός οδηγός περιλαμβάνει αναλυτικές οδηγίες για τη σωστή και ασφαλή εκτέλεση των πειραμάτων που αναφέρονται. Όμως κάθε πείραμα είναι αποτυχημένο, αν απλώς είναι μια πιστή ακολουθία κάποιων «συνταγών». Χρειάζεται ενεργός συμμετοχή του μαθητή και αυτή πετυχαίνεται μόνον αν αυτός *προηγουμένως* έχει *μελετήσει* και *κατανοήσει* σαφώς τα πάντα γύρω από αυτό. Για να τονισθεί αυτή η ανάγκη στο τετράδιο εργαστηριακών ασκήσεων υπάρχει μια μικρή καινοτομία με παράθεση *προκαταρκτικών* ερωτήσεων. Πριν λοιπόν μπει κανείς στην εκτέλεση του πειράματος είναι απαραίτητο να μπορεί να εξετάζεται και να απαντά στις ερωτήσεις αυτές.

Κατά τα άλλα η δομή του οδηγού είναι λίγο πολύ κλασική. Περιλαμβάνει:

1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Εδώ αναφέρονται οι επιδιωκόμενοι στόχοι, δηλαδή τι αναμένεται να κατέχει ο μαθητής μετά την επιτυχή εκτέλεση του πειράματος. Αυτό δε τόσο σε επίπεδο θεωρίας, όσο και απόκτηση δεξιοτήτων.

2 ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΥΠΟΒΑΘΡΟ

Εδώ αναφέρονται συνοπτικά ορισμένα θέματα θεωρίας τα οποία κατά κανόνα υπάρχουν και στο βιβλίο θεωρίας. Πολλές φορές όμως αναφέρονται επιπλέον θέματα, αν οι ανάγκες και οι σκοποί του πειράματος το απαιτούν.

3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ ΟΡΓΑΝΑ, ΣΥΣΚΕΥΕΣ, ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ ΚΑΙ ΥΛΙΚΑ

Εδώ έχουν ταξινομηθεί τα όργανα, οι συσκευές, τα αντιδραστήρια και τα γενικότερα υλικά τα οποία χρειάζονται για τη

διεξαγωγή του πειράματος. Πριν την έναρξη πρέπει να γίνεται έλεγχος για το αν αυτά υπάρχουν και αν είναι σωστά τοποθετημένα ή συναρμολογημένα. Η καθαριότητα, η τάξη και η πειθαρχία είναι βασικά χαρακτηριστικά κάθε εργαστηριακής δουλειάς.

4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Εδώ περιγράφονται, το δυνατόν λεπτομερειακά, τα βήματα που πρέπει να ακολουθηθούν για την εκτέλεση του πειράματος. Τα βήματα να ακολουθούνται όχι «ρομποτικά», αλλά συνειδητά. Και με πολλά «γιατί». Είναι φανερό ότι πριν κανείς ξεκινήσει το πείραμα οφείλει με προσοχή να μελετήσει τη διαδικασία και να την κατανοήσει πλήρως.

Κλείνοντας την μικρή αυτή εισαγωγή πρέπει να τονίσουμε και κάτι εξίσου σημαντικό. Το εργαστήριο διδάσκει πολλά πράγματα τα οποία πιθανόν κανείς να τα λησμονήσει. Όμως του δίνει την δυνατότητα να «μάθει τον τρόπο δουλειάς» γενικότερα. Οργάνωση, τάξη και πειθαρχία είναι οι μεγαλύτεροι στόχοι που κρύβονται πίσω από τους επιμέρους.

«μου το είπαν ... το άκουσα
το διάβασα ... το έμαθα
το έκανα... το κατάλαβα»

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΥ ΟΔΗΓΟΥ Γ' ΛΥΚΕΙΟΥ

1 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ

1.1 Οδηγίες - Κανόνες Ασφάλειας Εργαστηρίου	3
1.2 Βασικά Όργανα Εργαστηρίου	6
1.3 Βασικές Εργαστηριακές τεχνικές	11
1.4 Σφάλματα κατά τις μετρήσεις	23
1.5 Σημαντικά ψηφία	24
1.6 Γραφικές παραστάσεις	26
Ασκήσεις	28

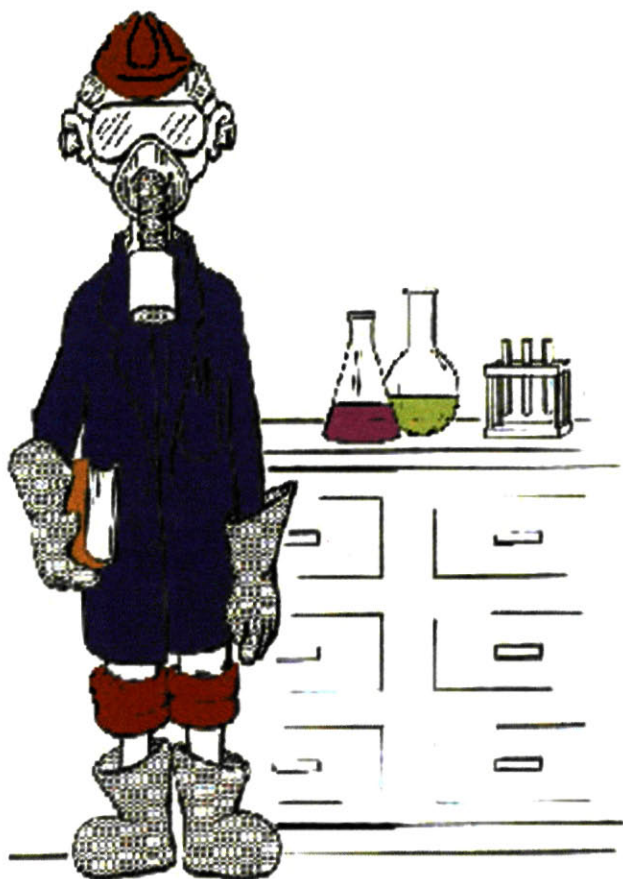
2 ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΑΣΚΗΣΕΙΣ

1. Παρασκευή και ιδιότητες ρυθμιστικών διαλυμάτων	33
2. Υπολογισμός της περιεκτικότητας ξιδιού σε οξικό οξύ.	37
3. Πειραματικός προσδιορισμός της K_s δυσδιάλυτου ηλεκτρολύτη	41
4. Στοιχείο Daniel	44
5. Προσδιορισμός Fe^{2+} κατά Zimmerman (παραλλαγή)	48
6. Προσδιορισμός H_2O_2 σε οξυζενέ με $KMnO_4$	54

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑΤΑ

1

Εισαγωγικές γνώσεις



ΕΠΗΜΕ ΝΑ ΠΡΟΣΕΞΟΥΜΕ, ΑΛΛΑ ΟΧΙ ΚΑΙ ΕΤΣΙ !!!!!

1.1 Οδηγίες-κανόνες ασφάλειας εργαστηρίου

1. Μη ξεχνάτε ότι το εργαστήριο είναι χώρος για σοβαρή εργασία.
2. Να έρχεστε πάντα προετοιμασμένοι για το πείραμα που θα εκτελέσετε.
3. Ποτέ μη αυτοσχεδιάζετε, να κάνετε μόνο όσα δίνονται στις οδηγίες.
4. Αν πεταχτεί πάνω σας οξύ ή κάποιο καυστικό αντιδραστήριο, ξεπλυθείτε αμέσως με άφθονο νερό.
5. Μη πιάνετε τα αντιδραστήρια με τα χέρια σας.
6. Πριν γίνει χρήση ενός αντιδραστηρίου, διαβάσετε προσεκτικά την ετικέτα. Ποτέ μη κάνετε χρήση ενός αντιδραστηρίου, από φιάλη που δεν έχει ετικέτα.
7. Η μετάγγιση καυστικών και τοξικών υγρών με σιφώνιο δεν γίνεται με αναρρόφηση με το στόμα αλλά με πονάρι.
8. Κατά τις αραιώσεις των πυκνών οξέων, ιδιαίτερα του H_2SO_4 , ποτέ δεν προστίθεται το νερό στο οξύ αλλά το οξύ προστίθεται σιγά-σιγά στο νερό.
9. Να ενημερωθείτε για τη θέση / λειτουργία των πυροσβεστήρων.
10. Να ενημερωθείτε για το κουτί πρώτων βοηθειών και τη χρησιμότητά του.
11. Πριν την αποχώρησή σας από το εργαστηριακό χώρο πρέπει να γίνεται σχολαστικός έλεγχος στους διακόπτες παροχής ηλεκτρικού ρεύματος, υγραερίου και νερού.

**ΤΟ ΤΡΙΠΤΥΧΟ ΑΣΦΑΛΕΙΑΣ
ΣΤΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑ ΧΗΜΕΙΑΣ**
(με βάση τα συνηθέστερα ατυχήματα)

ΠΡΟΣΟΧΗ ΣΤΑ ΜΑΤΙΑ

Φοράτε προστατευτικά γυαλιά. Μη θερμαίνετε το δοκιμαστικό σωλήνα στο πυθμένα του, αλλά λίγο παρακάτω από την επιφάνεια του υγρού, ανακινώντας συγχρόνως τον σωλήνα. Έτσι αποφεύγουμε τον απότομο βρασμό με εκτίναξη του περιεχομένου του. Όχι στους φακούς επαφής, αυτοί μπορούν να παγιδεύσουν στα μάτια σας επικίνδυνα αντιδραστήρια.

ΠΡΟΣΟΧΗ ΣΤΟ ΚΑΨΙΜΟ

Μη ξεχνάτε ότι το θερμό γυαλί δεν ξεχωρίζει από το κρύο.

ΠΡΟΣΟΧΗ ΣΤΟ ΚΟΨΙΜΟ

Αυτό συμβαίνει συνήθως από σπασμένα γυαλιά. Γι' αυτό να χρησιμοποιείται πανί όταν πιέζετε γυάλινους σωλήνες π.χ. όταν περνάτε θερμόμετρο από την τρύπα φελλού. Επίσης η μεταφορά σπασμένων γυαλιών να γίνεται με πανί.

Σύμβολα επικινδυνότητας χημικών ουσιών



Τοξικό



**Επιβλαβές /
ερεθιστικό**



Διαβρωτικό



Εύφλεκτο



Εκρηκτικό



Ραδιενεργό

Τα σύμβολα επικίνδυνων ουσιών αποτελούν ένα τρόπο επισήμανσής τους, ώστε να πάρουμε τα κατάλληλα μέτρα προφύλαξης, όταν χρειαστεί να κάνουμε χρήση τους. Έτσι αποφεύγουμε τυχόν ατυχήματα. Για κάθε ενδεχόμενο καλό είναι να θυμάστε:

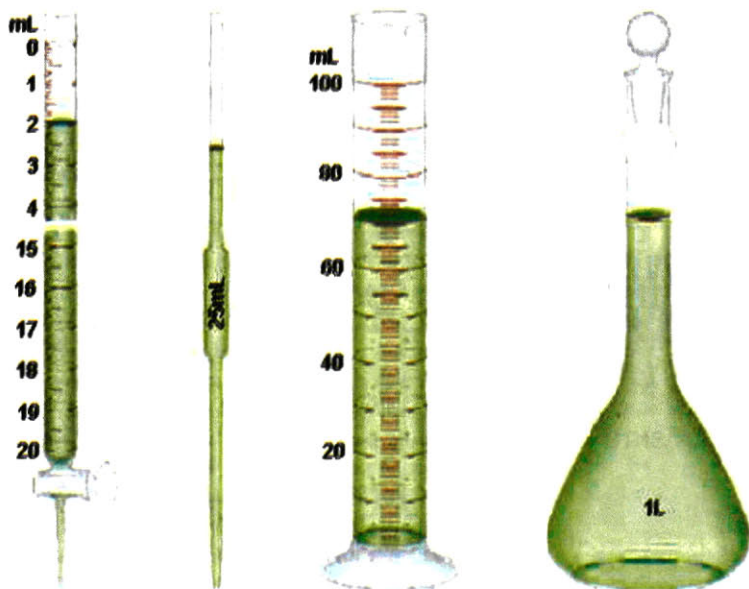
Πρώτες βοήθειες: 166

Πυροσβεστική υπηρεσία: 199

Τηλεφωνικό κέντρο δηλητηριάσεων: 01- 7793777

1.2 Βασικά όργανα εργαστηρίου

Όργανα Μέτρησης Όγκου Υγρών



Προχοΐδα

Σιφώνιο

Ογκομετρικός
κύλινδροςΟγκομετρική
φιάλη

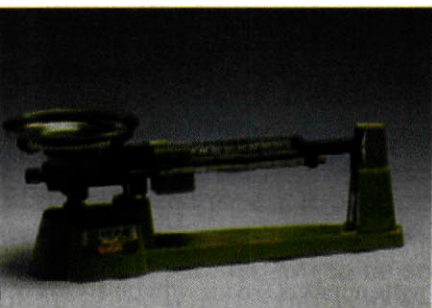
1. Προχοΐδα: όργανο για την ακριβή μέτρηση όγκων υγρών, χρησιμοποιείται κυρίως για την ποσοτική ανάλυση (ογκομετρήσεις).

2. Σιφώνιο εκροής: για την ακριβή μέτρηση και μεταφορά ενός σταθερού όγκου υγρού.

3. Ογκομετρικός κύλινδρος: μετράται ο όγκος ενός υγρού με σχετικά μικρή ακρίβεια.

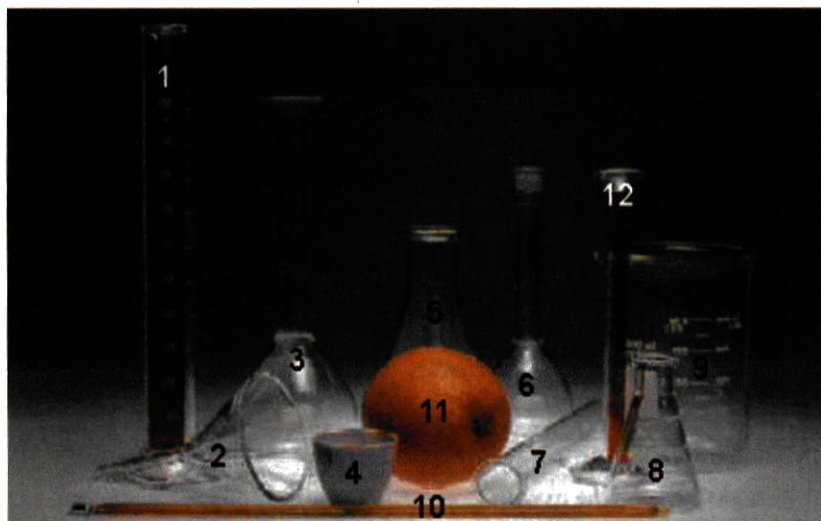
4. Ογκομετρική φιάλη: για τη μέτρηση ορισμένου όγκου υγρού και ιδιαίτερα για την παρασκευή διαλυμάτων ορισμένης συγκέντρωσης.

Όργανα Μέτρησης Μάζας (Ζυγοί)



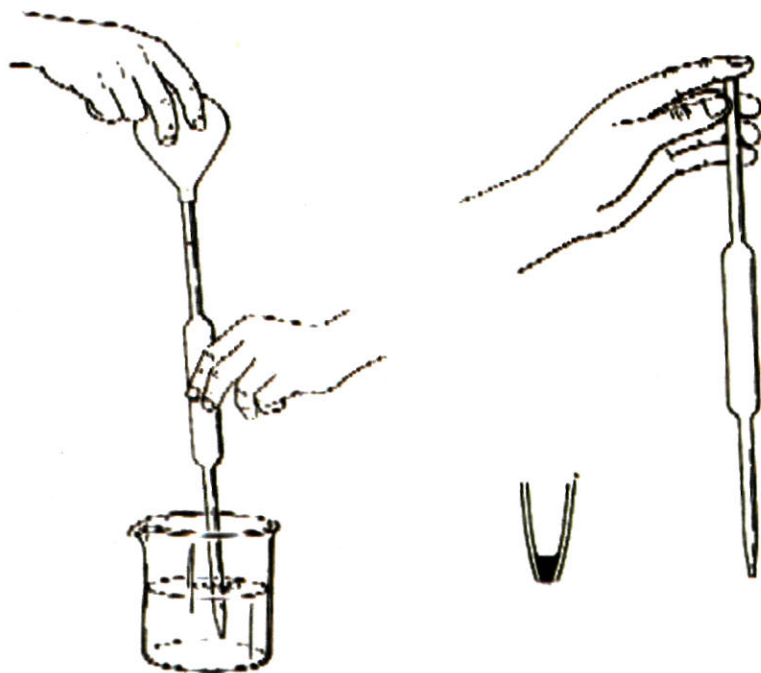
1. Εργαστηριακός ζυγός δύο δίσκων. Στον ένα δίσκο βάζουμε την ουσία που θέλουμε να ζυγίσουμε και στον άλλο τα σταθμά.
2. Εργαστηριακός ζυγός ενός δίσκου με βερνιέρο.
3. Σύγχρονοι ηλεκτρονικοί ζυγοί ακριβείας.

Μερικά Από Τα Πιο Συνηθισμένα Όργανα Χημείας



1. Ογκομετρικός κύλινδρος των 100 mL
2. Χωνί διηθήσεως.
3. Ογκομετρική φιάλη των 250 mL.
4. χωνευτήριο πορσελάνης.
5. Κωνική φιάλη (Erlenmeyer) των 250 mL.
6. Ογκομετρική φιάλη των 100 mL.
7. Δοκιμαστικός σωλήνας.
8. Κωνική φιάλη (Erlenmeyer) των 100 mL.
9. Ποτήρι ζέσεως των 500 mL.
10. Θερμόμετρο.
11. Πορτοκάλι για να γίνει η σύγκριση μεγέθους των χημικών οργάνων.
12. Ογκομετρικός κύλινδρος των 10 mL.

Χρήση Σιφωνίου Εκροής

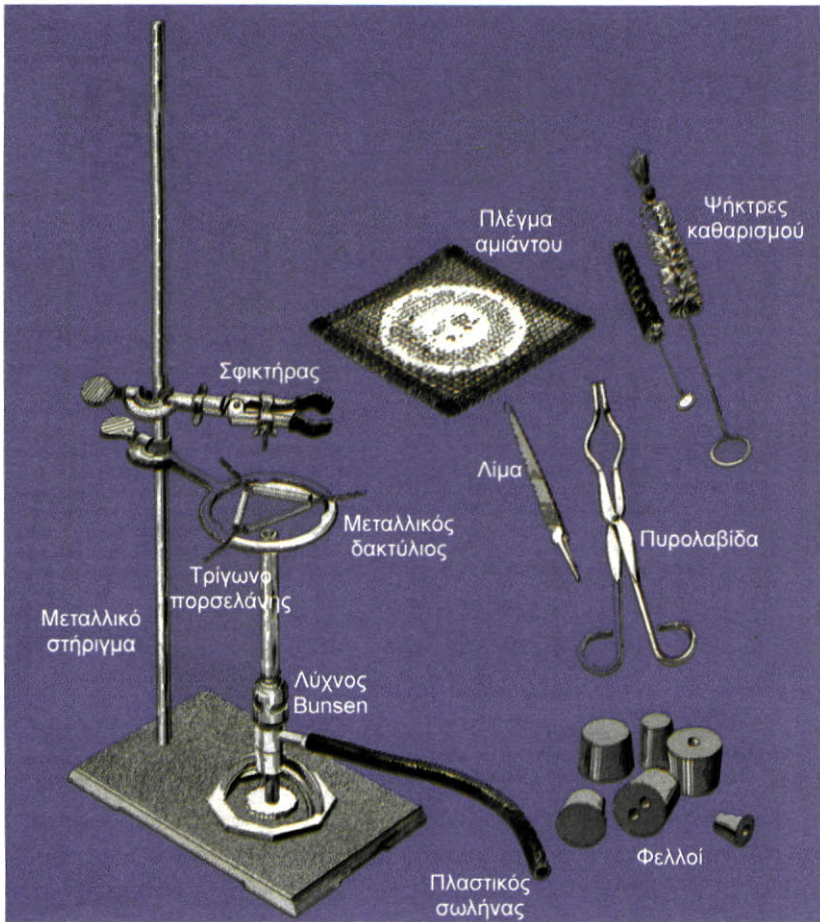


Παρατηρήσεις

α) Με το σιφώνιο μεταφέρεται με μεγάλη ακρίβεια ένας ορισμένος όγκος υγρού από ένα δοχείο σε κάποιο άλλο. Η αναρρόφηση από το δοχείο στο σιφώνιο γίνεται με το στόμα, αν το υγρό δεν είναι τοξικό ή καυστικό. Σ' αντίθετη περίπτωση, η αναρρόφηση του υγρού γίνεται με τη βοήθεια ελαστικής σφαίρας (πουάρ), όπως φαίνεται στο σχήμα.

β) Η τελευταία σταγόνα που μένει στην άκρη του σιφωνίου έχει υπολογιστεί κατά τη βαθμονόμηση του σιφωνίου και γι' αυτό δεν πρέπει να αποφυσάται.

Συνήθη Σιδερένια Σκεύη

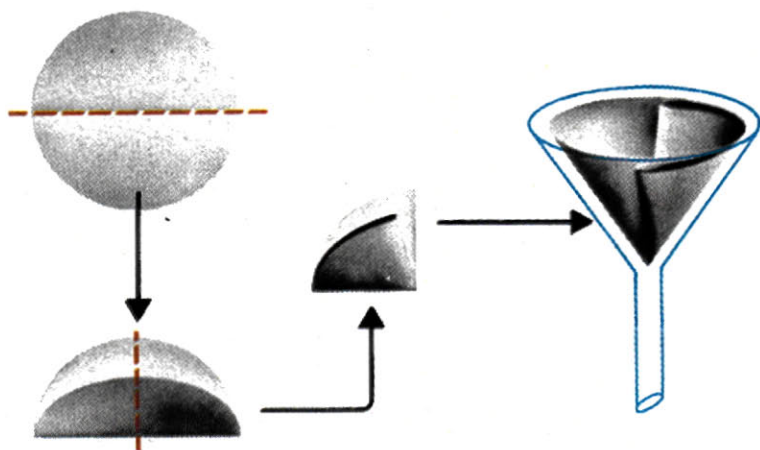


1.3 Βασικές Εργαστηριακές Τεχνικές

Διήθηση

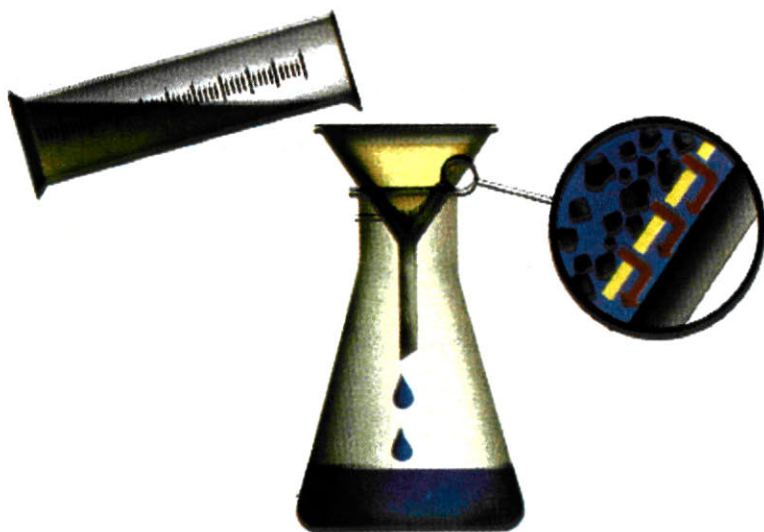
Η διήθηση είναι η πιο συνηθισμένη μέθοδος διαχωρισμού στερεού από υγρό. Βασίζεται στην αδυναμία του στερεού να περάσει λόγω μεγέθους μέσα από τους πόρους του ηθμού (φίλτρο). Έτσι το στερεό συγκρατείται στο ηθμό (ιζήμα), ενώ το υγρό διαπερνά τον ηθμό (διήθημα).

Υπάρχουν διάφορα είδη ηθμών τα οποία έχουν διαφορετική διάμετρο πόρων, ώστε να χρησιμοποιούνται για ανάλογα ιζήματα. Ο ηθμός πριν την τοποθέτηση του στο χωνί διπλώνεται, όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα:



ΣΧΗΜΑ 1.1 Πως διπλώνεται ο ηθμός.

Αμέσως μετά την τοποθέτηση του ηθμού στο χωνί αυτός διαβρέχεται με λίγο απιονισμένο νερό ή λίγο από το υπερκείμενο υγρό του μείγματος που πρόκειται να διηθήσουμε. Ακολουθεί η διήθηση, όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα.



ΣΧΗΜΑ 1.2 Διάταξη διήθησης και στη λεπτομέρεια η αρχή λειτουργία διήθησης.

Να σημειωθεί ότι αν το χωνί έχει μακρύ στέλεχος εκροής και μικρή διάμετρο, τότε λόγω των τριχοειδών φαινομένων η διήθηση γίνεται γρηγορότερα (*χωνί ταχείας διηθήσεως*).

Το ίζημα που λαμβάνεται εκπλένεται για να απαλλαγεί από το τυχόν προσμίξεις που περιέχει με κατάλληλο υγρό έκπλυσης. Έτσι παίρνουμε καθαρό ίζημα. Το ίζημα στη συνέχεια τοποθετείται σε ύαλο ωρολογίου και τοποθετείται στο **πυριατήριο** προς ξήρανση. Το πυριατήριο είναι ηλεκτρική συσκευή θέρμανσης με μεταλλικά ράφια στα οποία τοποθετούνται τα προς ξήρανση υλικά.

Στην περίπτωση που αποτυγχάνει η μέθοδος της διήθησης να διαχωρίσει το στερεό, π.χ. το ίζημα διαπερνά τους πόρους του ηθμού, η εναλλακτική λύση είναι η φυγοκέντρωση. Το διάλυμα τοποθετείται στους σωλήνες φυγοκέντρωσης και περιστρέφεται με μεγάλη ταχύτητα σε κατάλληλη συσκευή. Στην περίπτωση αυτή το ίζημα κολλάει στον πυθμένα του σωλήνα και διαχωρίζεται από το υπερκείμενο υγρό με απόχυση.



Απόσταξη

Η απόσταξη είναι μέθοδος διαχωρισμού ή καθαρισμού ενός ομογενούς μίγματος (διαλύματος), λόγω της διαφοράς στα σημεία βρασμού μεταξύ των διαχωριζομένων συστατικών.

Η διάταξη μιας απλής απόσταξης δίνεται στο παρακάτω σχήμα. Η διαδικασία της απόσταξης με λίγα λόγια είναι η εξής:

Βάζουμε το υγρό που θέλουμε να αποστάξουμε στον **κλασματήρα**, που είναι μια σφαιρική φιάλη μ' ένα πλάγιο σωλήνα (περίπου μέχρι τη μέση). Τοποθετούμε το θερμόμετρο στο στόμιο του κλασματήρα σε τέτοιο ύψος, ώστε το άκρο του θερμομέτρου να βρίσκεται στο ύψος του πλάγιου σωλήνα του. Στη συνέχεια θερμαίνουμε το υγρό, οπότε αρχίζει ο βρασμός του.

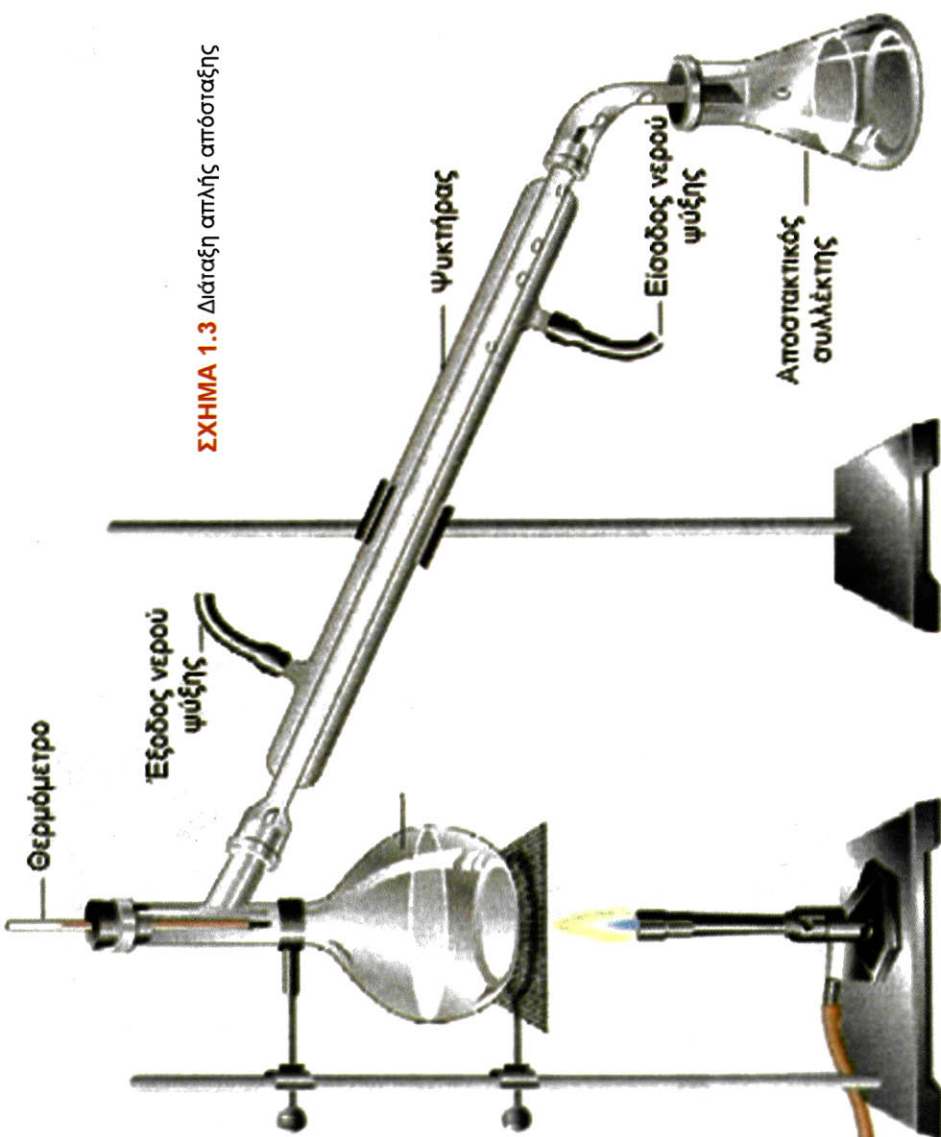
Οι παραγόμενοι ατμοί περνούν στο **ψυκτήρα**, που ένας σωλήνα με διπλά τοιχώματα από όπου περνά το υγρό ψύξεως (συνήθως νερό). Εκεί οι ατμοί του αποσταζόμενου υγρού συμπυκνώνονται και στη συνέχεια συλλέγονται στο **υποδοχέα** σταγόνα - σταγόνα. Αυτό είναι το **απόσταγμα**, ενώ το υγρό που παρέμεινε στο κλασματήρα αποτελεί το **υπόλειμμα της απόσταξης**.

Να σημειωθεί ότι για να αποφύγουμε απότομο βρασμό και εκτινάξεις σταγονιδίων από τον κλασματήρα, προσθέτουμε γυάλινα σφαιρίδια ή κομμάτια πορσελάνης στο υγρό που αποστάζουμε κατά την έναρξη της απόσταξης (πυρήνες βρασμού).

Η απόσταξη μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την παρασκευή αποσταγμένου νερού ή την απόσταξη κρασιού για την παρασκευή κονιάκ κλπ.

Η απόσταξη που περιγράψαμε είναι η απλή απόσταξη. Πέραν αυτής υπάρχουν πολλά είδη απόσταξης, πχ απόσταξη υπό κενό, με υδρατμούς, κλασματική κλπ.

Το τελευταίο είδος περιλαμβάνει πολλές διαδοχικές απλές αποστάξεις δηλαδή, το απόσταγμα αποστάζεται ξανά και το νέο απόσταγμα ξανά κοκ. Η κλασματική απόσταξη βρίσκει εφαρμογή στη διύλιση του πετρελαίου.

ΣΧΗΜΑ 1.3 Διάταξη απλής απόσταξης

Εξάτμιση

Η εξάτμιση αποσκοπεί στην μερική ή ολική απομάκρυνση του διαλύτη (νερό) από το διάλυμα. Κατά την εξάτμιση ελαττώνεται ο όγκος του διαλύματος, οπότε συμπυκνώνεται το διάλυμα. Αν συνεχιστεί η εξάτμιση, τότε απομακρύνεται εντελώς το διαλυτικό μέσο και το διαλυμένο σώμα παραμένει σε στερεή κατάσταση. Το στερεό αυτό σώμα λέγεται **στερεό υπόλειμμα** και η διαδικασία καλείται **εξάτμιση μέχρι ξηρού**.

Η εξάτμιση γίνεται συνήθως σε κάψες πορσελάνης σε ειδικές συσκευές, όπως είναι τα ατμόλουτρα ή αμμόλουτρα. Τα ατμόλουτρα είναι μεταλλικά δοχεία που περιέχουν νερό, το οποίο θερμαίνεται συνήθως ηλεκτρικά. Οι παραγόμενοι ατμοί υδρατμοί θερμαίνουν το διάλυμα που πρόκειται να εξατμίσουμε. Ανάλογα τα αμμόλουτρα είναι δοχεία που περιέχουν άμμο που θερμαίνεται ομοιόμορφα. Στην επιφάνεια της άμμου τοποθετείται η κάψα με το προς εξάτμιση διάλυμα.

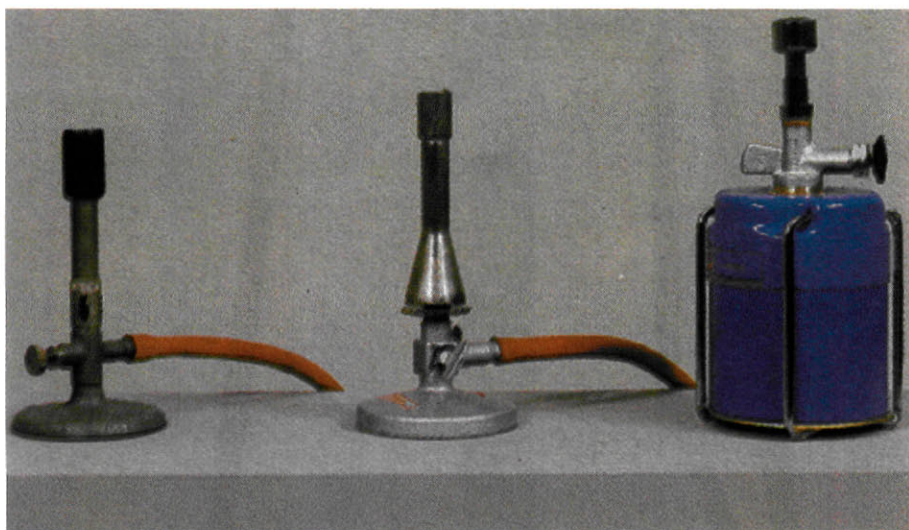


ΣΧΗΜΑ 1.4 Διάταξη εξάτμισης.



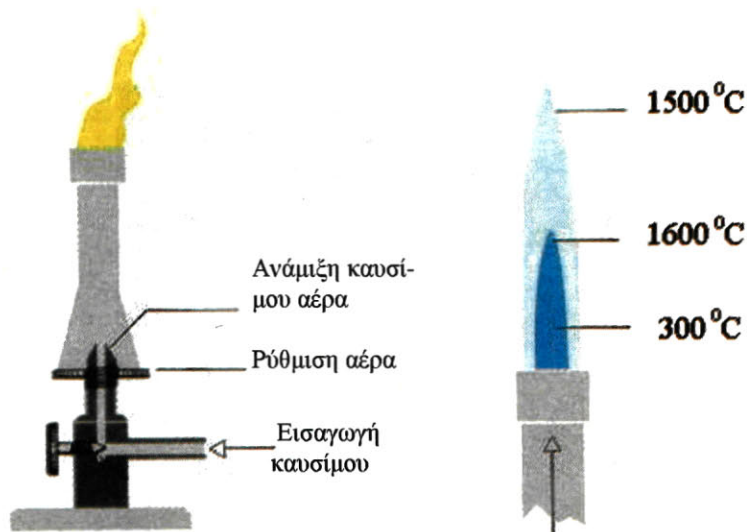
Θέρμανση - Πύρωση

Η θέρμανση αποτελεί μια από τις βασικές διεργασίες στο χημικό εργαστήριο. Αυτό συμβαίνει επειδή πολλές χημικές αντιδράσεις γίνονται σε υψηλές μόνο θερμοκρασίες. Επίσης, πολλές φυσικές διεργασίες, όπως η απόσταξη, η εξάτμιση κλπ, απαιτούν θέρμανση. Συνηθίζουμε να λέμε θέρμανση, όταν η αύξηση της θερμοκρασίας φτάνει τους $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ και πύρωση, όταν ξεπερνά τους $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Οι πιο συνηθισμένοι τύποι καυστήρων που χρησιμοποιούνται στο εργαστήριο είναι ο λύχνος Bunsen και Teclu που εικονίζονται στο παρακάτω σχήμα.



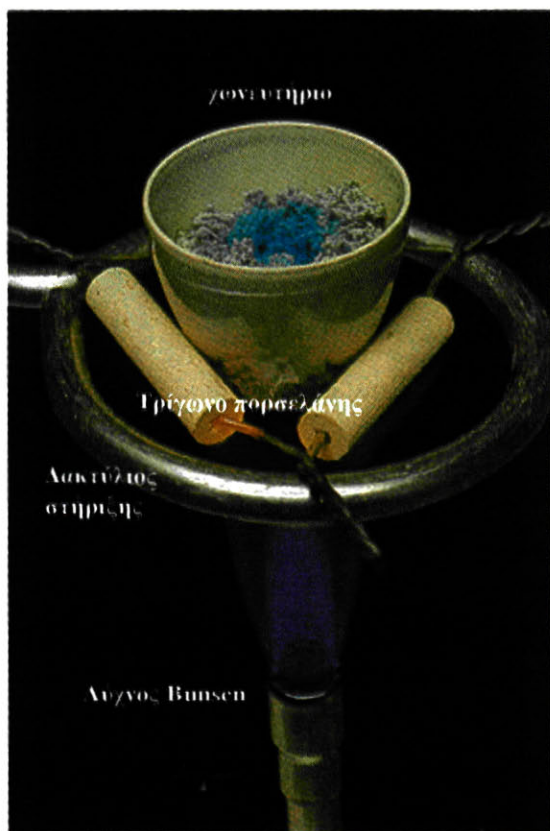
ΣΧΗΜΑ 1.5 Από αριστερά προς τα δεξιά λύχνος Bunsen, λύχνος Teclu, καυστήρας τύπου Bunsen με ενσωματωμένη φιάλη υγραερίου.

Με τους λύχνους μπορούν να επιτύχουμε πολύ υψηλές θερμοκρασίες. Η θερμοκρασία της φλόγας εξαρτάται από το ύψος αυτής, το είδος του καυσίμου, την αναλογία καυσίμου - αέρα και τον τύπο του λύχνου.



ΣΧΗΜΑ 1.6 Η θερμοκρασία που αναπτύσσεται συσχετίζεται με το ύψος της φλόγας.

Άλλα βοηθητικά όργανα πύρωσης είναι τα τρίγωνα πορσελάνης, τα χωνευτήρια, τα πλέγματα αμιάντου, οι τρίποδες πυρώσεως κλπ. Στο παρακάτω σχήμα εικονίζεται διάταξη πύρωσης σε χωνευτήριο με τη βοήθεια λύχνου. Μ' αυτό τον τρόπο μπορούμε να πετύχουμε τη σύντηξη (λιώσιμο) στερεών σωμάτων υψηλού σημείου τήξης. Να σημειωθεί ότι το ίδιο αποτέλεσμα μπορεί να επιτευχθεί και με ηλεκτρική θέρμανση (ηλεκτρικοί κάμνοι).



ΣΧΗΜΑ 1.7 Σύντηξη με πύρωση με λύχνου Bunsen.

Το παρακάτω σχήμα απεικονίζει διάταξη θέρμανσης ουσίας σε δοκιμαστικό σωλήνα. Το συνηθισμένο όμως γυαλί αντέχει μέχρι $94 - 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, γι' αυτό συνήθως μεταξύ φλόγας και γυαλιού παρεμβάλλεται ειδικό πλέγμα. Γυαλί από Pyrex αντέχει μέχρι τους $450\text{ }^{\circ}\text{C}$, ενώ τα πυρίμαχα πχ. το χωνευτήριο πορσελάνης έχει θερμική αντοχή που ξεπερνά τους $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$.



ΣΧΗΜΑ 1.8 Διάταξη θέρμανσης.

Κατά τη θέρμανση αντιδραστηρίων με δοκιμαστικούς σωλήνες πρέπει να είμαστε ιδιαίτερα προσεκτικοί για να αποφύγουμε ατυχήματα από την εκτίναξη σταγονιδίων από το σωλήνα. Ποτέ δε στρέφουμε το στόμιο του σωλήνα στο πρόσωπό μας ή στο πρόσωπο άλλου. Το καλύτερο που μπορούμε να κάνουμε κατά τη διάρκεια μιας θερμικής διεργασίας είναι να προστατεύσουμε τα μάτια μας, φορώντας προστατευτικά γυαλιά.



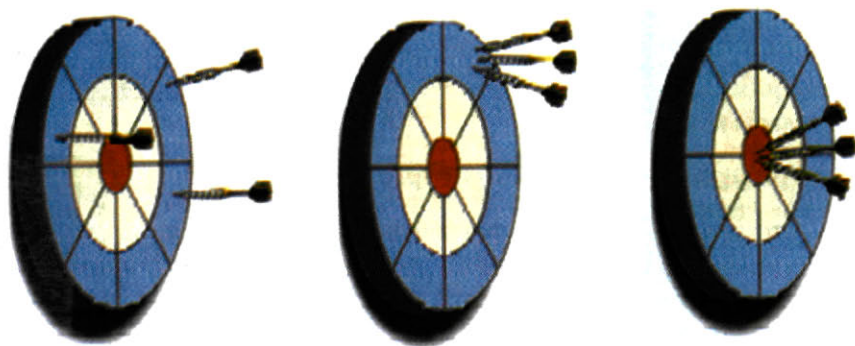
1.4 Σφάλματα κατά τις μετρήσεις

Το σφάλμα (E) σε μια μέτρηση αναφέρεται στην αριθμητική διαφορά ανάμεσα στην πειραματική τιμή (χ) και την πραγματική τιμή (μ), δηλαδή $E = \chi - \mu$.

Τα σφάλματα διακρίνονται σε συστηματικά, π.χ. σφάλματα λόγω του τύπου του ζυγού που χρησιμοποιούμε και σε τυχαία, π.χ. αν ξεχάσουμε να καθαρίσουμε το ζυγό πριν τη μέτρηση.

Ακρίβεια είναι ο βαθμός συμφωνίας ανάμεσα στην πειραματική και πραγματική τιμή. Προφανώς όσο μικρότερο είναι το σφάλμα, τόσο μεγαλύτερη είναι η ακρίβεια. Μπορούμε να κάνουμε έλεγχο της ακρίβειας μιας μέτρησης χρησιμοποιώντας πρότυπο δείγμα, δηλαδή ουσία της οποίας το προσδιοριζόμενο μέγεθος είναι εκ των προτέρων γνωστό.

Αναπαραγωγιμότητα ή επαναληπτικότητα εκφράζει τη συμφωνία που δείχνουν οι πειραματικές τιμές μεταξύ τους. Η ακρίβεια και η αναπαραγωγιμότητα δεν πρέπει να συγχέονται. Καλή ακρίβεια δε σημαίνει κατ' ανάγκη και καλή αναπαραγωγιμότητα και το αντίστροφο, όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα.



ΣΧΗΜΑ 1.9 α) μικρή ακρίβεια και αναπαραγωγιμότητα β) μικρή ακρίβεια με μεγάλη αναπαραγωγιμότητα γ) μεγάλη ακρίβεια και αναπαραγωγιμότητα.

1.5 Σημαντικά ψηφία

Όλα τα ψηφία ενός αριθμού θεωρούνται βέβαια εκτός από το τελευταίο που θεωρείται αβέβαιο. Τα βέβαια ψηφία μαζί με το αβέβαιο δίνουν τον αριθμό των σημαντικών ψηφίων. Για παράδειγμα σε 9,12 g έχουμε 3 σημαντικά ψηφία, ενώ σε 11,245 g έχουμε 5 σημαντικά ψηφία. Γενικά, θα πρέπει να γνωρίζουμε:

- 1) τα μηδενικά που βρίσκονται ανάμεσα σε άλλα ψηφία θεωρούνται σημαντικά π.χ. ο αριθμός 55,002 έχει 5 σημαντικά ψηφία.
- 2) τα μηδενικά που βρίσκονται στην αρχή ενός αριθμού δεν είναι σημαντικά π.χ. ο αριθμός 0,0021 έχει 2 σημαντικά ψηφία.
- 3) τα μηδενικά που βρίσκονται δεξιά της υποδιαστολής είναι σημαντικά π.χ. ο αριθμός 0,6021 έχει 4 σημαντικά ψηφία.
- 4) τα μηδενικά στο τέλος ενός αριθμού που δεν έχει υποδιαστολή μπορεί να είναι σημαντικά ή όχι, π.χ. ο αριθμός 150 έχει δύο ή τρία σημαντικά ψηφία, ενώ ο αριθμός 1400 έχει δύο ή τρία ή τέσσερα σημαντικά ψηφία.

Η εκθετική μορφή ενός αριθμού είναι : $A \times 10^u$

Όπου, A είναι ένας δεκαδικός αριθμός με ένα μη μηδενικό ψηφίο πριν την υποδιαστολή και μ ακέραιος αριθμός. Για παράδειγμα ο αριθμός 500 με ακρίβεια δύο σημαντικών ψηφίων γράφεται $5,0 \times 10^2$. Επίσης, η ταχύτητα του φωτός με ακρίβεια τριών δεκαδικών ψηφίων γράφεται $3,00 \times 10^8 \text{ m s}^{-1}$.

Αριθμητικές πράξεις και σημαντικά ψηφία

1) Στον πολλαπλασιασμό και τη διαίρεση το τελικό αποτέλεσμα έχει τα σημαντικά ψηφία του μικρότερου σε ακρίβεια (σημαντικά ψηφία) αριθμού.

π.χ. $26,19 (4\psi) \times 11,12(4\psi) \times 1,00(3\psi) = 291,2328 = 291(3\psi)$.

2) Στην πρόσθεση και αφαίρεση το τελικό αποτέλεσμα έχει τόσα δεκαδικά ψηφία, όσα ο αριθμός με τα λιγότερα δεκαδικά ψηφία.

π.χ. $26,2 (1\delta\psi) + 11,21(2\delta\psi) + 0,005(3\delta\psi) = 37,415 = 37,4(1\delta\psi)$.

Στρογγυλοποίηση αριθμητικών αποτελεσμάτων

Αν για τη στρογγυλοποίηση ενός αριθμητικού αποτελέσματος πρέπει να απορριφθεί ένα ψηφίο, έστω το χ , τότε ακολουθείται ο εξής κανόνας:

1) αν χ είναι μικρότερο του 5, τότε το ψηφίο που προηγείται του χ παραμένει αμετάβλητο. Π.χ. η στρογγυλοποίηση του αριθμού 7,248 σε δύο σημαντικά ψηφία είναι 7,2.

2) αν χ είναι μεγαλύτερο ή ίσο του 5, τότε το ψηφίο που προηγείται του χ μεγαλώνει κατά μία μονάδα. Π.χ. η στρογγυλοποίηση του αριθμού 4,945 σε τρία σημαντικά ψηφία είναι 4,95.

Ασκήσεις

1. Να γραφούν σε εκθετική μορφή οι παρακάτω αριθμοί: α) 23678
β) 425,6 γ) 0,00256 δ) 671756 ε) 0,01156.

2. Πόσα είναι τα σημαντικά ψηφία στους παρακάτω αριθμούς;
α) 0,00123 β) 7,310 γ) 322 δ) $2,574 \times 10^{-3}$ ε) 2.00×10^{-5} .

3. Να γίνουν οι παρακάτω υπολογισμοί και να εκφραστούν τα αποτελέσματα σε εκθετική μορφή με βάση τον κατάλληλο αριθμό σημαντικών ψηφίων:

α) $48.2552 + 1,002 + 0,0223$ β) $217,843/0,025$ γ) $18,55 - 0,02 - 1,001$
δ) $(2,7 \times 10^3) \times (3,005 \times 10^{-2})$.

1.6 Γραφικές παραστάσεις

Πολλά από τα φυσικά μεγέθη τα οποία μετράμε στο εργαστήριο είναι αλληλοεξαρτώμενα. Έτσι για παράδειγμα όταν η θερμοκρασία ενός αερίου αυξάνει ο όγκος του αυξάνει, υπό την προϋπόθεση ότι οι άλλες συνθήκες παραμένουν σταθερές. Μια τέτοια σχέση κατά την οποία οι τιμές των δύο μεγεθών μεταβάλλονται προς την ίδια κατεύθυνση με βάση μια σταθερή αναλογία λέγεται **άμεση σχέση**. Μία άμεση σχέση μπορεί να αποδίδεται μαθηματικά σαν $x = k \cdot y$ ή $x/y = k$ όπου το k είναι μία **σταθερά**.

Η μαθηματική αυτή διατύπωση έχει την «αυστηρότητά της» δεν έχει όμως το άμεσο οπτικό αποτέλεσμα που έχει η **γραφική παράσταση** της σχέσης αυτής σε ένα σύστημα ορθογωνίων συντεταγμένων.

Ας δούμε σαν παράδειγμα την άμεση σχέση μεταξύ του όγκου ενός αερίου, V και της απόλυτης θερμοκρασίας T σε βαθμούς Kelvin, K . Ένα πείραμα θα έδινε τα εξής αποτελέσματα :

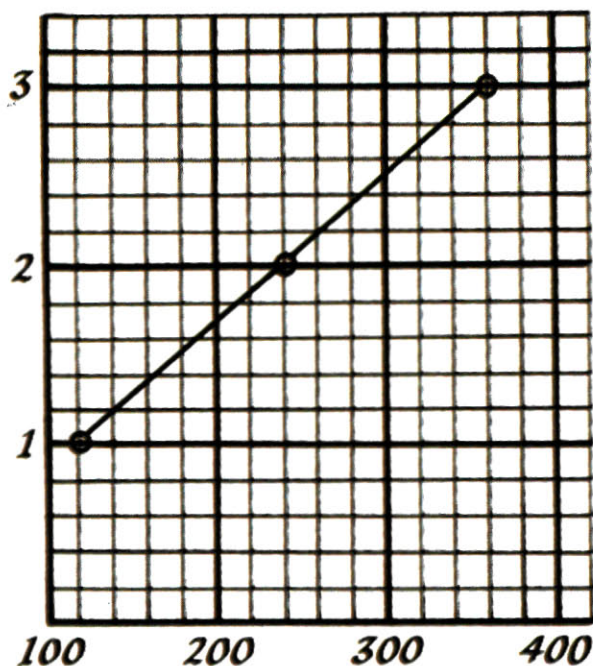
ΠΡΩΤΟΚΟΛΛΟ ΜΕΤΡΗΣΗΣ

ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ / K	ΟΓΚΟΣ / L
240	1
360	2
480	3

Αν οι παραπάνω τιμές παρασταθούν γραφικά σε σύστημα συντεταγμένων, όπου στον άξονα των x μπαίνουν οι θερμοκρασίες και στον άξονα των y οι όγκοι, προκύπτει η παρακάτω γραφική παράσταση:

Σημειώστε ότι η τιμή του k για την παραπάνω σχέση είναι:

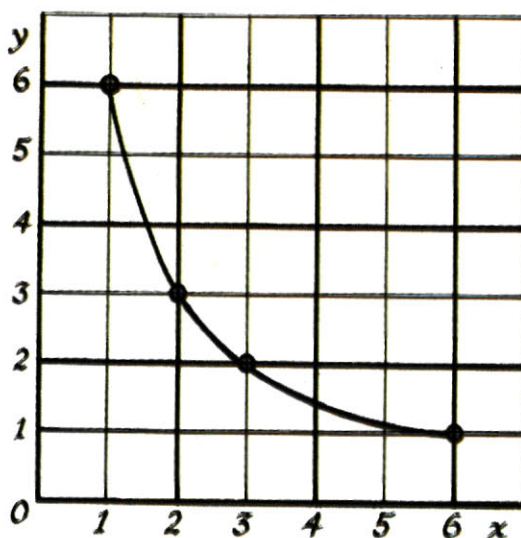
$$k = y/x$$



ΣΧΗΜΑ 1.10 Γράφημα της $V = k \cdot T$

Από την παραπάνω γραφική παράσταση προκύπτει για το k τιμή ίση με $k = y/x = 1/120$.

Όταν η σχέση γίνεται **αντίστροφη**, δηλαδή όταν αυξανόμενου του x το y μειώνεται, η σχέση είναι $x \cdot y = k$. Μία γραφική παράσταση της αντίστροφης σχέσης $x \cdot y = 6$ δίνεται παρακάτω:



ΣΧΗΜΑ 1.11 Γράφημα της $x \cdot y = 6$

Ασκήσεις

1. Ποια είναι η τιμή του k για την σχέση που εκφράζει τις παρακάτω τιμές των x και y .

x	y
0,2	0,4
0,6	1,2
1,8	3,6

2. Ο όγκος ενός ελαστικού μπαλονιού είναι αντιστρόφως ανάλογος της εξωτερικής πίεσης.

α. γράψτε μία εξίσωση η οποία να περιγράφει αυτή την σχέση χρησιμοποιώντας τα σύμβολα P για την πίεση και V για τον όγκο.

β. βρέθηκε πειραματικά ότι όταν η πίεση είναι 1 atm το μπαλόνι έχει όγκο 22,4 L. Όταν η πίεση γίνει 2 atm ο όγκος γίνεται 11,2 L. Ποια είναι η τιμή του k στην σχέση;

γ. Ποιος θα είναι ο όγκος αν η πίεση γίνει 12 atm;

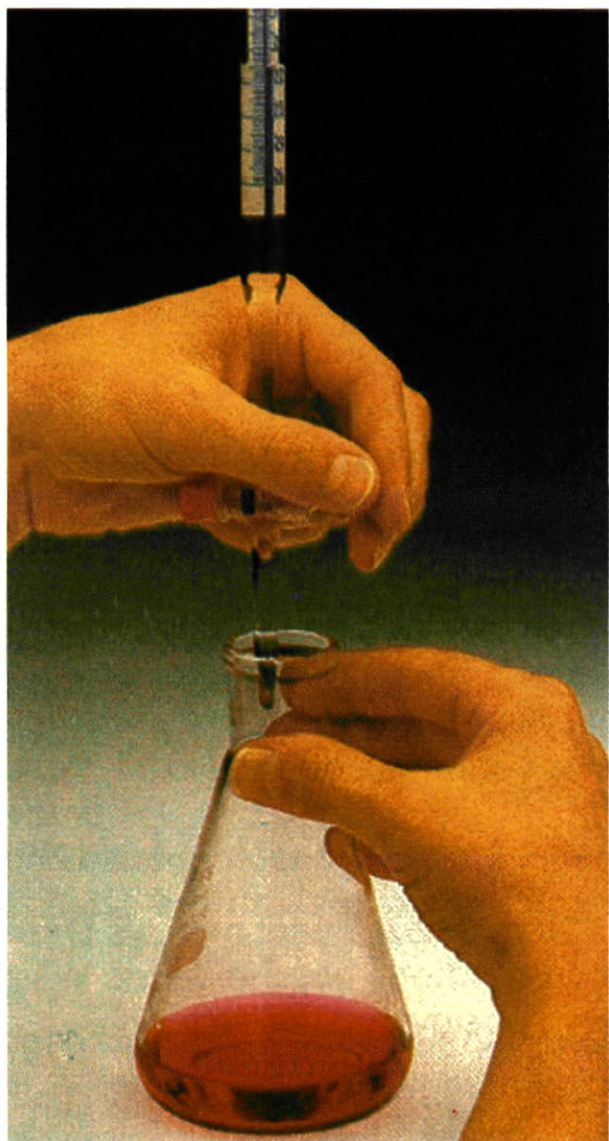
3. Για την μέτρηση της πυκνότητας ενός υγρού έγιναν μετρήσεις του όγκου και της αντίστοιχης μάζας του. Δηλαδή, σε κενό ογκομετρικό κύλινδρο προστέθηκε ορισμένος όγκος του υγρού κάθε φορά και ακολουθούσε ζύγιση του δοχείου. Λαμβάνονται οι παρακάτω μετρήσεις:

Όγκος /mL	Μάζα /g
0	32,08
2,05	35,54
4,40	39,21
7,00	42,85
9,02	46,75

Ο όγκος που αναγράφεται στον πίνακα είναι ο συνολικός κάθε φορά. Υπολογίστε την πυκνότητα του υγρού, ρ , κάνοντας μια γραφική παράσταση της σχέσης $\rho = m/V$.

2

Εργαστηριακές ασκήσεις



Πείραμα 1

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΡΥΘΜΙΣΤΙΚΩΝ ΔΙΑΛΥΜΑΤΩΝ

ΣΤΟΧΟΙ

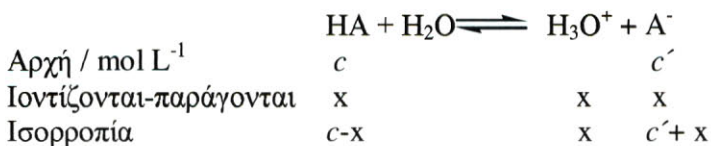
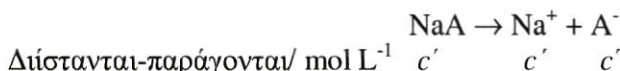
Στο τέλος του πειράματος αυτού θα πρέπει να μπορείς:

1. Να παρασκευάζεις ρυθμιστικά διαλύματα (Ρ.Δ.) *επιθυμητού* pH , είτε με ανάμειξη διαλυμάτων ασθενών οξέων ή βάσεων, είτε με *μερική εξουδετέρωση* διαλυμάτων ασθενών οξέων ή βάσεων από ισχυρές βάσεις ή οξέα.
2. Να αναγνωρίζεις την κυριότερη ιδιότητα των Ρ.Δ. που είναι το να κρατούν περίπου σταθερή τη τιμή του pH τους, αν σ' αυτά προστεθούν μικρές ποσότητες ισχυρών οξέων ή βάσεων.

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΟ ΘΕΜΑ

Για να μπορούν τα Ρ.Δ να δεσμεύουν τις ποσότητες οξέων ή βάσεων που προστίθενται σ' αυτά, θα πρέπει να περιέχουν μία βάση και ένα οξύ σε ισορροπία. Να περιέχουν δηλαδή ένα ασθενές οξύ HA με τη συζυγή του βάση A^- , προερχόμενη συνήθως από το άλας αυτού NaA . Εναλλακτικά, μπορούν να περιέχουν μια ασθενή βάση B και το συζυγές οξύ BH , προερχόμενο και αυτό από άλας π.χ. BCl .

Η τιμή του pH ενός Ρ.Δ. μπορεί να υπολογιστεί με βάση τη λογική της *επίδρασης κοινού ιόντος*. Έστω για παράδειγμα ότι το Ρ.Δ. περιέχει ένα ασθενές οξύ HA με σταθερά ιοντισμού K_a , σε συγκέντρωση $c \text{ mol L}^{-1}$ και τη συζυγή του βάση A^- προερχόμενη από το άλας NaA σε συγκέντρωση $c' \text{ mol L}^{-1}$. Τότε έχουμε:



$$\text{Αλλά } K_a = [\text{H}_3\text{O}^+] \cdot [\text{A}^-] / [\text{HA}] = x \cdot (c' + x) / (c - x) \approx c' x / c \rightarrow$$

$$x = [\text{H}^+] = K_a \cdot c / c'$$

Αν λογαριθμίσει κανείς την αντίδραση, πολλαπλασιάσει επί -1 και αντικαταστήσει το σύμβολο $-\log$ με το p, έχει

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log c' / c$$

(Αυτό μεταφράζεται στο σχετικό τύπο των Henderson και Hasselbach, που δίνει το pH ενός ρυθμιστικού διαλύματος συναρτήσει των K_a και των συγκεντρώσεων των «συζυγούς βάσης» και «οξύ».

$$\text{pH} = \text{p}K_a + \log [\text{συζ.βάση}] / [\text{οξύ}]$$

Ανάλογα προκύπτει για ένα P.Δ. από βάση και συζυγές οξύ:

$$\text{pOH} = \text{p}K_b + \log [\text{συζ.οξύ}] / [\text{βάση}]$$

Το κύριο συμπέρασμα που βγαίνει από την ανάλυση αυτή, είναι ότι η τιμή του pH ενός P.Δ. βρίσκεται κοντά στη τιμή της σταθεράς K ($\text{p}K$) του ασθενούς οξέος ή βάσεως. Έτσι, αν ζητά κανείς να παρασκευάσει ένα P.Δ. με τιμή pH έστω λ, τότε πρέπει να «ψάξει» να βρει από τους πίνακες σταθερών ιοντισμού, ένα ζεύγος οξέος-βάσεως του οποίου η τιμή του K , του $\text{p}K$ καλύτερα, να είναι το δυνατόν πλησιέστερη στο λ.

Αν π.χ. ζητείται ρυθμιστικό με pH είναι 5 το ζεύγος $\text{CH}_3\text{COOH} / \text{CH}_3\text{COO}^-$ αποτελεί ιδανική λύση. Με ανάλογο σκεπτικό, αν ζητείται pH 7 το ζεύγος $\text{H}_2\text{PO}_4^- / \text{HPO}_4^{2-}$ δίνει τη σωστή απάντηση, για pH 9 το ζεύγος $\text{NH}_3 / \text{NH}_4\text{Cl}$ κ.ο.κ.

Ένα δεύτερο θέμα στα Ρ.Δ. είναι η εκτίμηση της ρυθμιστικής τους ικανότητας. Έτσι, αν σε ορισμένο όγκο του Ρ.Δ. προσθέτει μικρή ποσότητα ισχυρού οξέος ή βάσης, θα μεταβληθούν τα c και c' , λιγότερο ο λόγος τους c/c' και ακόμη λιγότερο ο λογάριθμος του λόγου αυτού. Γι' αυτό λοιπόν αναμένεται μικρή σχετικά μείωση της τιμής του pH. Μπορεί να οριστεί **ως ρυθμιστική ικανότητα ενός Ρ.Δ. τα mole ισχυρού οξέος ή βάσης, τα οποία πρέπει να προστεθούν σε 1 L αυτού, ώστε να μεταβληθεί η τιμή του pH κατά μία μονάδα.**

Στο πείραμα που ακολουθεί σε πρώτη φάση θα παρασκευαστούν Ρ.Δ. με τιμή pH 5 και 9 από τα ζεύγη CH_3COOH και CH_3COO^- και NH_3 και NH_4^+ αντίστοιχα. Στη συνέχεια θα γίνει εκτίμηση της ρυθμιστικής ικανότητας ενός από αυτά.

ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

Για την εκτέλεση του πειράματος απαιτούνται:

1. Ογκομετρικοί κύλινδροι των 100 mL (δύο).
2. Ογκομετρικές φιάλες των 100 mL (δύο).
3. Σιφώνιο των 10 mL βαθμονομημένο.
4. Προχοΐδα των 25 ή 50 mL.
5. pHμετρο ρυθμισμένο, όπως ορίζει ο κατασκευαστής του.
6. Διαλύματα 2 M HCl , CH_3COOH , NH_3 , NaOH .

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

α. παρασκευή Ρ.Δ. με τιμή pH = 4,74

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 mL εισάγονται με τον κύλινδρο 50 mL διαλύματος CH_3COOH 2 M και 25 mL διαλύματος NaOH . Το διάλυμα που προκύπτει αραιώνεται στα 100 mL.

Να υπολογίσετε τις συγκεντρώσεις των CH_3COONa (από την αντίδραση) και CH_3COOH (από την περίσσεια) στον τελικό όγκο των 100 mL. Από τον τύπο των Henderson-Hasselbach να υπολογίσετε τη τιμή του pH του διαλύματος. Να μετρήσετε τώρα το pH με το pHμετρο και να σχολιάσετε το αποτέλεσμα.

β. παρασκευή Ρ.Δ. με τιμή pH = 9,26

Ανάλογα με την πρώτη πορεία προσθέστε στην ογκομετρική φιάλη των 100 mL, 50 mL διαλύματος NH_3 2 M και 25 mL διαλύματος HCl 2 M. Αραιώστε στα 100 mL, κάντε τους σχετικούς υπολογισμούς και μετρήστε το pH με το όργανο.

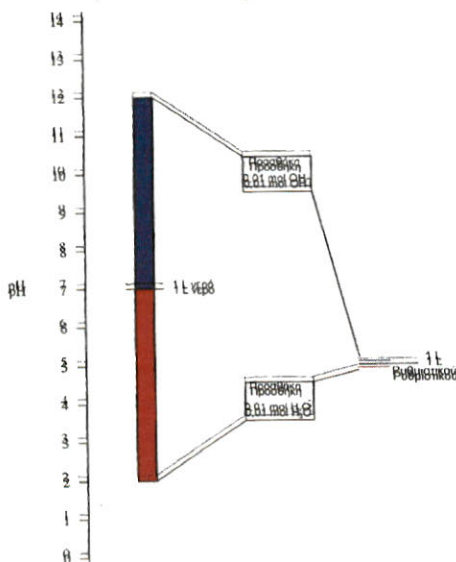
γ. μεταβολή της τιμής pH των Ρ.Δ.

Από καθένα από τα Ρ.Δ. πάρτε στον κύλινδρο 25 mL και προσθέστε 1 mL από τα διαλύματα των HCl 2 M. Μετρήστε με το όργανο την τιμή του pH.

Με βάση την τιμή αυτή υπολογίζουμε τον αριθμό mol HCl που χρειάζεται 1 L ρυθμιστικού για να μεταβληθεί το pH του κατά μία μονάδα. Ο αριθμός αυτός καθορίζει τη ρυθμιστική ικανότητα του διαλύματος.

Να επαναλάβετε την ίδια διαδικασία, προσθέτοντας 1 mL από το διάλυμα του NaOH 2 M.

Για σύγκριση προσθέστε τις ίδιες ποσότητες HCl και NaOH σε 25 mL απιονισμένο νερό, στο οποίο έχετε μετρήσει την τιμή του pH του και μετρήστε την μεταβολή στην τιμή του pH.



ΣΧΗΜΑ 1.1 Μεταβολή pH κατά την προσθήκη H_3O^+ ή OH^- α. σε 1L καθαρού νερού και β. σε 1L ρυθμιστικού διαλύματος $\text{CH}_3\text{COOH} / \text{CH}_3\text{COONa}$.

Πείραμα 2

ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΤΟΥ ΞΙΔΙΟΥ ΣΕ ΟΞΙΚΟ ΟΞΥ

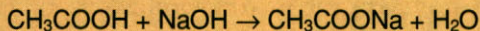
ΣΤΟΧΟΙ

Στο τέλος του πειράματος αυτού θα πρέπει να μπορείς:

1. Να εκτελείς μια ογκομετρική ανάλυση και να προσδιορίζεις το πέρας αυτής με τη βοήθεια των δεικτών.
2. Να υπολογίζεις την περιεκτικότητα του ξιδιού σε οξικό οξύ και κατ' επέκταση να αναγνωρίζεις την δυνατότητα ποιοτικού ελέγχου εμπορικών προϊόντων στο εργαστήριο.

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΟ ΘΕΜΑ

Το κύριο δραστικό συστατικό του προϊόντος που στο εμπόριο φέρεται με το όνομα «ξίδι», είναι το CH_3COOH . Αυτό είναι ένα ασθενές οργανικό οξύ και μπορεί να προσδιοριστεί ποσοτικά από την αντίδραση του με ένα διάλυμα βάσης, γνωστής και σταθερής συγκέντρωσης (πρότυπο διάλυμα) π.χ. διάλυμα NaOH 0,1 M. Η στοιχειομετρική αντίδραση η οποία γίνεται είναι:



Οι αντιδράσεις αυτές εξουδετέρωσης αποτελούν τη βάση μιας μεγάλης κατηγορίας ογκομετρικών προσδιορισμών που χαρακτηρίζονται ως *οξυμετρία - αλκαλιμετρία*. Σαν τέλος της αντίδρασης θεωρούμε τη στιγμή εκείνη, όπου έχει προστεθεί στοιχειομετρική ποσότητα της βάσης, όπως προκύπτει από την αντίδραση. Το τέλος αυτό λέγεται και *ισοδύναμο σημείο* της αντίδρασης. Το πρόβλημα προσδιορισμού του ισοδύναμου σημείου επιλύεται ως εξής:

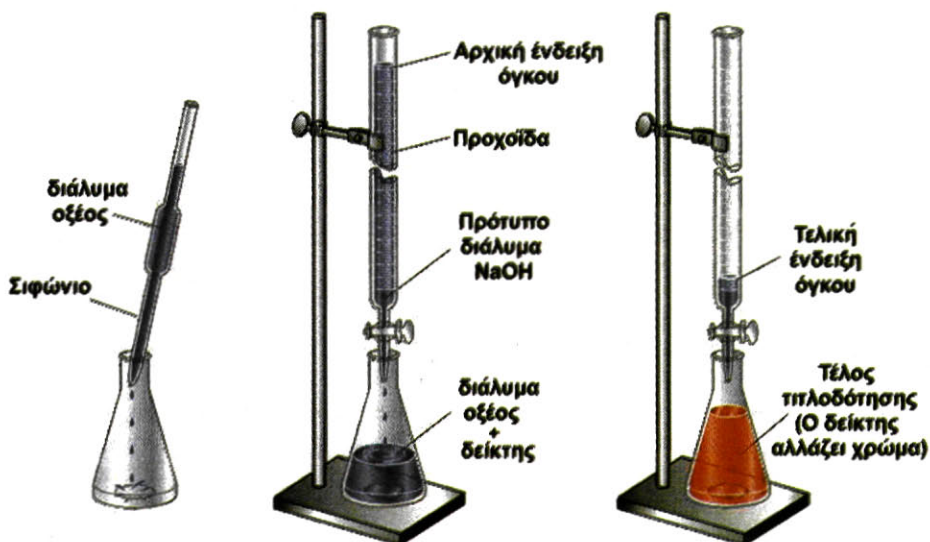
Κατά τη διάρκεια της προοδευτικής προσθήκης της βάσης αλλάζει η τιμή του pH του διαλύματος. Στην περίπτωση προσδιορι-

σμού του οξικού οξέος με NaOH το pH ξεκινά από σχετικά μικρές τιμές $\approx 3-4$, ανάλογα με την συγκέντρωση του οξέος. Με την προσθήκη της βάσης αυτό αυξάνει βαθμιαία, καθώς αρχικά δημιουργείται ρυθμιστικό διάλυμα CH_3COOH και CH_3COO^- . Όταν φτάσουμε στην πλήρη εξουδετέρωση - ισοδύναμο σημείο - οπότε βέβαια υπάρχει μόνο το ιόν CH_3COO^- , το pH προσδιορίζεται μόνο από αυτό. Αμέσως μετά θα υπάρχει μεγάλη μεταβολή στο pH από την περίσσεια της βάσης. Συνεπώς, το θέμα λύνεται με έναν κατάλληλο δείκτη οξυμετρίας - αλκαλιμετρίας, δηλαδή ένα πρωτολυτικό δείκτη.

Ένα βασικό λοιπόν σημείο στην ογκομετρική ανάλυση, είναι η *εκλογή του κατάλληλου δείκτη*, δηλαδή δείκτη ο οποίος να αλλάζει αν είναι δυνατό χρώμα στο ισοδύναμο σημείο. **Το σημείο στο οποίο ο δείκτης αλλάζει χρώμα λέγεται τελικό σημείο της αντίδρασης.** Το επιθυμητό λοιπόν είναι να συμπίπτουν το τελικό με το ισοδύναμο σημείο ή τουλάχιστον να απέχουν το λιγότερο δυνατό, δηλαδή μέσα στα όρια αποδεκτού σφάλματος.

Για την περίπτωση του CH_3COOH το pH στο ισοδύναμο σημείο είναι το pH του CH_3COO^- , το οποίο αναμένεται να είναι γύρω στο 8 με 8,5. Ένας πολύ καλός δείκτης για την περίπτωση λοιπόν είναι η *φαινολοφθαλεΐνη* η οποία από άχρωμη, $\text{pH} < 8,3$, γίνεται κόκκινη σε pH μεγαλύτερο από αυτό.

Η γενική λοιπόν πορεία περιλαμβάνει τη λήψη μιας ορισμένης ποσότητας ξιδιού, αραίωση της με απιονισμένο νερό, ώστε η συγκέντρωση του οξέος να είναι στα όρια του $\approx 0,01 \text{ M}$, προσθήκη ποσότητας δείκτη και τιτλοδότηση με πρότυπο διάλυμα NaOH. Από τον όγκο του διαλύματος υπολογίζουμε τα mol αυτού και από τη στοιχειομετρία της αντίδρασης τα mol του CH_3COOH .



ΣΧΗΜΑ 2.1 Διαγραμματική παρουσίαση της διαδικασίας προσδιορισμού οξικού οξέος στο ξίδι: α) εισάγεται με το σιφώνιο στην κωνική φιάλη ορισμένη ποσότητα του διαλύματος («άγνωστο») β) δείκτης προστίθεται στο «άγνωστο» και ακολουθεί προσθήκη σιγά – σιγά του πρότυπου διαλύματος NaOH με τη βοήθεια της προχοΐδας γ) η χρωματική αλλαγή του δείκτη φανερώνει το τέλος της τιτλοδότησης. Στην κάτω σειρά εικόνων, φαίνεται η αλλαγή χρώματος του δείκτη φαινολοφθαλείνη.

ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

Για την εκτέλεση του πειράματος απαιτούνται:

1. Μία προχοΐδα των 25 ή 50 mL με κατάλληλο στήριγμα.
2. Μία κωνική φιάλη των 250 mL.
3. Σιφώνιο βαθμονομημένο των 5 mL.
4. Δείκτης φαινολοφθαλεΐνη με σταγονομετρικό φιαλίδιο.
5. Δείγμα ξιδιού του εμπορίου.
6. Διάλυμα NaOH πρότυπο, 0,1 M.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

1. Από το δείγμα του εμπορίου λαμβάνονται 5 mL και φέρονται στην ογκομετρική των 250 mL, όπου και αραιώνονται με απιονισμένο νερό.

2. Από το αραιωμένο διάλυμα λαμβάνονται 50 mL. Προστίθενται τώρα 2 σταγόνες από το διάλυμα του δείκτη και το διάλυμα αυτό ογκομετρείται με το διάλυμα του NaOH, μέχρις ότου μία σταγόνα απ' αυτό να δώσει ανοικτό κόκκινο χρώμα σταθερό για 60 s τουλάχιστον.

Επαναλαμβάνεται η μέτρηση για δύο ακόμη φορές και βρίσκεται ο μέσος όρος.

Αν καταναλώθηκαν σε μέσο όρο V mL από το διάλυμα του NaOH τότε αντέδρασαν $V \cdot 10^{-4}$ mol NaOH, άρα και ίσα mol CH_3COOH από την αναλογία της αντίδρασης που είναι 1:1. Συνεπώς, στα 5 mL του ξιδιού υπήρχαν $5 \cdot V \cdot 10^{-4}$ mol $\cdot 60 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ CH_3COOH ή η % βάρος σε όγκο περιεκτικότητα είναι :

$$5 \cdot V \cdot 10^{-4} \cdot 60 \cdot (100/5) = 0,6 \cdot V \% \text{ (w/V)}.$$

Πείραμα 3

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ K_s ΔΥΣΔΙΑΛΥΤΟΥ ΗΛΕΚΤΡΟΛΥΤΗ. K_s ΤΟΥ $\text{Ca}(\text{OH})_2$

ΣΤΟΧΟΙ

Στο τέλος του πειράματος αυτού θα πρέπει να μπορείς:

1. Να παρασκευάζεις ένα κορεσμένο διάλυμα.
2. Να προσδιορίζεις πειραματικά μια θερμοδυναμική σταθερά, όπως είναι η K_s του $\text{Ca}(\text{OH})_2$, μέσω μιας ογκομετρικής ανάλυσης.

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΟ ΘΕΜΑ

Όταν μια ποσότητα ηλεκτρολύτη ο οποίος έχει μικρή διαλυτότητα s , προστεθεί σε ποσότητα νερού, τότε ένα μέρος της ποσότητας του διαλύεται, ενώ η υπόλοιπη παραμένει αδιάλυτη. Η *ισορροπία* η οποία αποκαθίσταται μεταξύ του *κορεσμένου διαλύματος* και του αδιάλυτου στερεού είναι μία *ετερογενής ισορροπία*, η οποία ορίζεται από τη *σταθερά γινομένου διαλυτότητας K_s* .

Αν ο ηλεκτρολύτης είναι π.χ. το $\text{Ca}(\text{OH})_2$ τότε η ισορροπία αυτή αποδίδεται από την αμφίδρομη αντίδραση:



Η δε σταθερά του γινομένου διαλυτότητας ισούται με:

$$K_s = [\text{Ca}^{2+}] \cdot [\text{OH}^-]^2$$

Ένας λοιπόν πειραματικός προσδιορισμός της τιμής του K_s του $\text{Ca}(\text{OH})_2$ στηρίζεται στον προσδιορισμό της συγκέντρωσης των Ca^{2+} ή των OH^- σε κορεσμένο διάλυμα του ηλεκτρολύτη. Το ποιο από τα δύο ιόντα θα προσδιοριστεί είναι θέμα συνθηκών και μέσων που διαθέτει κανείς. Μη ξεχνάτε ότι οι συγκεντρώσεις των δύο αυτών ιόντων συνδέονται από την στοιχειομετρία της αντίδρασης με την σχέση: $[\text{OH}^-] = 2 \cdot [\text{Ca}^{2+}]$.

Ο πλέον απλός τρόπος είναι ο προσδιορισμός της $[\text{OH}^-]$ ογκομετρικά, με ένα πρότυπο διάλυμα ισχυρού οξέος όπως π.χ. διάλυμα HCl 0,1 M.

Θα μπορούσε να πει κανείς ότι ο παραπάνω προσδιορισμός μπορούσε πιο απλά να γίνει, με μέτρηση του pH του κορεσμένου διαλύματος με πεχάμετρο. Όμως, η σχετικά μεγάλη διαλυτότητα του $\text{Ca}(\text{OH})_2$, το οποίο βρίσκεται στα όρια μεταξύ διαλυτών και δυσδιάλυτων ενώσεων, κάνει το κορεσμένο διάλυμα αρκετά πυκνό και συνεπώς τη σχετική μέτρηση ανακριβή. Η μετρούμενη συγκέντρωση θα διαφέρει από την πραγματική. Ο πεχαμετρικός προσδιορισμός θα μπορούσε π.χ. να εφαρμοστεί στην περίπτωση του $\text{Mg}(\text{OH})_2$, του οποίου η διαλυτότητα είναι πολύ μικρότερη.

ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

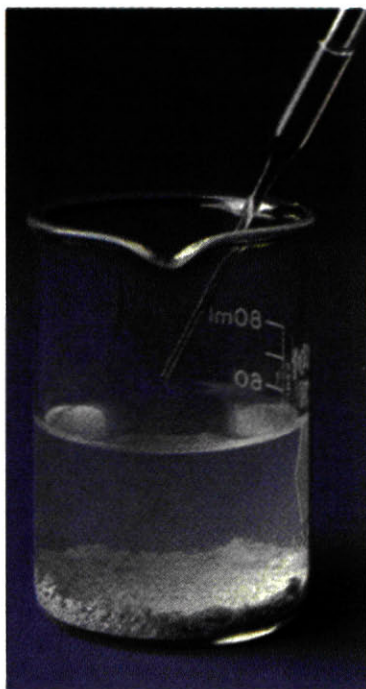
Για την εκτέλεση του πειράματος απαιτούνται:

1. Κωνική φιάλη των 500 mL με ελαστικό πώμα.
2. Κωνική φιάλη των 250 mL.
3. Σιφώνιο εκροής των 50 mL.
4. Προχοΐδα των 50 ή 25 mL με ανάλογο στήριγμα.
5. Στερεό $\text{Ca}(\text{OH})_2$.
6. Πρότυπο διάλυμα HCl 0,1 M.
7. Δείκτης φαινολοφθαλεΐνη.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

1. Στην κωνική των 500 mL φέρονται περί τα 400 mL απιονισμένο νερό και προστίθενται περίπου 2 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Πωματίζεται η φιάλη και ανακινείται επί δεκάλεπτο.
2. Αφήνεται να ηρεμήσει άλλα 10 min. Προκύπτει έτσι ένα κορεσμένο διάλυμα υδροξειδίου του ασβεστίου.
3. Από αυτό λαμβάνονται με το σιφώνιο 50,0 mL και μεταφέρονται σε κωνική των 250 mL. Προστίθενται 2 σταγόνες από το διάλυμα της φαινολοφθαλεΐνης και το ερυθρό διάλυμα ογκομετρείται με το πρότυπο διάλυμα του HCl 0,1 M, μέχρις αποχρωματισμού. Ο αποχρωματισμός αυτός πρέπει να διατηρείται τουλάχιστον για 60 s.

Επαναλαμβάνεται η μέτρηση με άλλα 50,0 mL από το κορεσμένο διάλυμα και ο μέσος όρος αποτελεί τη βάση για τους υπολογισμούς.



ΣΧΗΜΑ 3.1 Κορεσμένο διάλυμα $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Υπολογισμοί

Αν καταναλώθηκαν σε μέσο όρο V mL από το διάλυμα του HCl 0,1 M ή $V \cdot 10^{-4}$ mol HCl , τόσα θα είναι και τα mol των OH^- . Αναγόμενα στα 1000 mL του κορεσμένου διαλύματος δίνουν $[\text{OH}^-] = 2V \cdot 10^{-3}$ mol ιόντων ανά λίτρο.

Τότε η $[\text{Ca}^{2+}]$ είναι $V \cdot 10^{-3}$ mol ιόντων ανά λίτρο. Η δε τιμή της K_s θα είναι: $K_s = V \cdot 10^{-3} \cdot (2V \cdot 10^{-3})^2 = 4V^3 \cdot 10^{-9}$.

Πείραμα 4

ΣΤΟΙΧΕΙΟ DANIEL

ΣΤΟΧΟΙ

Στο τέλος του πειράματος αυτού θα πρέπει να μπορείς:

1. Να κατασκευάζεις το κλασικό στοιχείο Daniel και να το αναγνωρίζεις ως ηλεκτροχημικό στοιχείο, δηλαδή ως διάταξη μετατροπής της χημικής ενέργειας σε ηλεκτρική.
2. Να μετράς το δυναμικό του και να συγκρίνεις την πειραματική με τη θεωρητική του τιμή.

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΟ ΘΕΜΑ

Ο βασικός μηχανισμός των αντιδράσεων οξειδοαναγωγής, περιλαμβάνει τη μεταφορά ηλεκτρονίων από το *αναγωγικό* προς το *οξειδωτικό*. Χωρίζεται δηλαδή η κάθε οξειδοαναγωγική αντίδραση σε δύο ημιαντιδράσεις:

αναγωγικό(1) $\rightarrow$ οξειδωτικό(1) + ve και

οξειδωτικό(2) + ve $\rightarrow$ αναγωγικό(2)

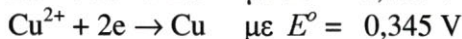
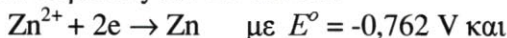
Αν τα δύο σώματα, δηλαδή το αναγωγικό(1) και το οξειδωτικό(2), είναι σε άμεση επαφή, τότε η αντίδραση γίνεται χωρίς τα εναλλασσόμενα ηλεκτρόνια να γίνονται «αντιληπτά». Αν όμως χωριστούν τα σώματα και έλθουν σε επαφή μέσω ενός αγωγού, τότε τα εναλλασσόμενα ηλεκτρόνια διατρέχουν τον αγωγό. Παράγεται δηλαδή ηλεκτρικό ρεύμα.

Αυτή είναι η γενική αρχή στην οποία στηρίζονται τα *ηλεκτροχημικά στοιχεία*, δηλαδή οι διατάξεις που μετατρέπουν τη χημική σε ηλεκτρική ενέργεια. Υλοποιούν δε αυτή τη μετατροπή, μέσα από μια αντίδραση οξειδοαναγωγής.

Θεωρητικά κάθε αντίδραση οξειδοαναγωγής μπορεί να «μετατραπεί» σε ηλεκτροχημικό στοιχείο. Από τον πίνακα των δυνα-

μικών οξειδοαναγωγής κάθε κατάλληλος συνδυασμός οδηγεί σε ηλεκτροχημικό στοιχείο του οποίου μάλιστα, μέσα από τον ίδιο πίνακα, είναι δυνατόν να προβλεφθούν η τιμή του *πρότυπου δυναμικού* E^0 , καθώς και η *πολικότητά* του.

Στο πείραμα που ακολουθεί περιγράφεται το κλασικότερο από τα ηλεκτροχημικά στοιχεία, εκείνο του Daniel. Αυτό έχει ως βάση τις δύο ημιαντιδράσεις των Zn και Cu:

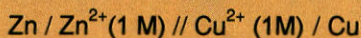


Όπως και στη θεωρία αναφέρεται από τις τιμές των E^0 , φαίνεται ότι ο μεταλλικός Zn είναι ισχυρότερο αναγωγικό από το χαλκό και έτσι αν συνδυαστούν σε στοιχείο, ο Zn αποτελεί τον πόλο στον οποίο γίνεται αποβολή e^- , δηλαδή οξείδωση. Είναι δηλαδή, η *άνοδος* που στα ηλεκτροχημικά στοιχεία είναι ο αρνητικός πόλος της πηγής. Τα e^- αυτά, μέσω του εξωτερικού κυκλώματος, φτάνουν στο ηλεκτρόδιο του Cu, όπου και προκαλούν αναγωγή των ιόντων Cu^{2+} τα οποία παίζουν τον ρόλο του οξειδωτικού. Άρα στο ηλεκτρόδιο αυτό γίνεται αναγωγή και είναι η *κάθοδος* ή ο θετικός πόλος της πηγής.

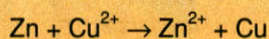
Αξίζει κανείς να τονίσει τη διαφορά στην πολικότητα μεταξύ ηλεκτρολυτικού και ηλεκτροχημικού στοιχείου. Είναι ορθότερο να ορίζουμε ως άνοδο το ηλεκτρόδιο στο οποίο γίνεται οξείδωση και εκείνο στο οποίο γίνεται αναγωγή ως κάθοδο, χωρίς να συσχετίζεται αυτό με το πρόσημο του πόλου.

Το ηλεκτρικό κύκλωμα κλείνει μέσα από μια κίνηση ιόντων και συγκεκριμένα των SO_4^{2-} , αν χρησιμοποιούνται θειικά άλατα, από το ηλεκτρόδιο του Cu, από το οποίο «εξαφανίζονται» τα θετικά ιόντα, προς το ηλεκτρόδιο του Zn. Τα ιόντα κινούνται με την λεγόμενη *γέφυρα ιόντων* που μπορεί να είναι ένα πορώδες διάφραγμα ή ένας σωλήνας U πλήρης, διαλύματος κατάλληλου ηλεκτρολύτη.

Ο πλήρης συμβολισμός του στοιχείου αυτού είναι :



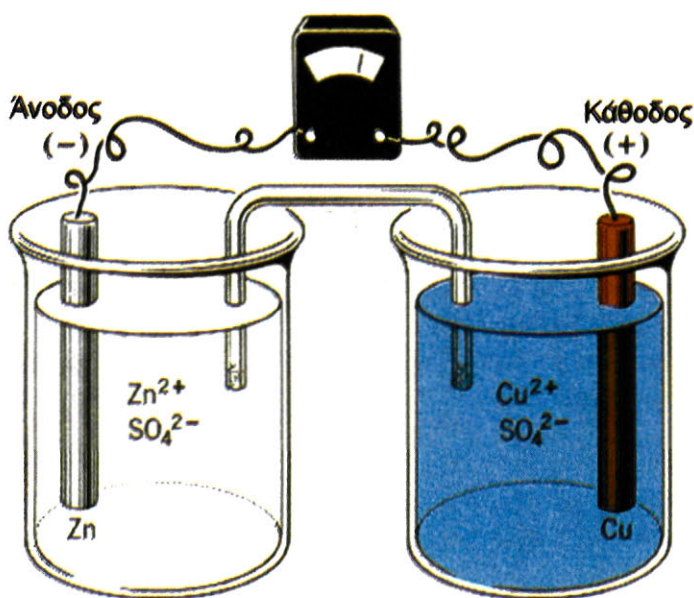
Αρνητικός πόλος είναι ο Zn. Η συνολική αντίδραση του στοιχείου είναι :



Η δε τιμή του E° του στοιχείου πλέον είναι:

$$E^\circ = E^\circ (+) - E^\circ (-) = 0,345 - (-0,762) = 1,107 \text{ V}$$

Πολλά από τα παραπάνω φαίνονται στο παρακάτω σχήμα:



ΣΧΗΜΑ 4.1 Το στοιχείο Daniel.

ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

Για την εκτέλεση του πειράματος απαιτούνται:

1. Δύο ποτήρια ζέσεως των 250 mL.
2. Ελάσματα Zn και Cu διαστάσεων $\approx 20 \times 100$ mm.
3. Γέφυρα ιόντων. Σωλήνας U με διάλυμα K_2SO_4 και υαλοβάμβακα. Τον ίδιο ρόλο μπορεί να παίζει και ένα κομμάτι διηθητικό χαρτί κατάλληλα διπλωμένο και διαβρεγμένο με το διάλυμα του K_2SO_4 .
4. Διηθητικό χαρτί.
5. Μιλλιβολτόμετρο 0-2 V με αγωγούς και "κροκοδειλάκια".
6. Διαλύματα 1 M $ZnSO_4$ και 1 M $CuSO_4$.
7. Κορεσμένο διάλυμα K_2SO_4 .

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

1. Στο ένα από τα ποτήρια ζέσεως εισάγονται 100 mL από το διάλυμα του $ZnSO_4$ 1 M και σε αυτό εμβαπτίζεται το έλασμα του Zn. Αυτό είναι το ηλεκτρόδιο του Zn το οποίο συνδέεται με τον ένα πόλο του μιλλιβολτομέτρου.

2. Ανάλογα διαμορφώνεται το ηλεκτρόδιο του χαλκού με εμβάπτιση του ελάσματος του Cu στο διάλυμα του $CuSO_4$ 1 M. Το έλασμα συνδέεται με τον άλλο πόλο του οργάνου.

Ρόλο γέφυρας ιόντων θα παίζει ένα κομμάτι διηθητικό χαρτί, το οποίο θα διπλωθεί κατάλληλα, ώστε να συνδέει τα δύο διαλύματα και θα διαβραχεί με διάλυμα K_2SO_4 .

3. Αφού γίνουν οι συνδέσεις ανοίγεται το όργανο και λαμβάνεται η ένδειξή του.

Πείραμα 5

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ Fe ΚΑΤΑ ZIMMERMAN (ΠΑΡΑΛΛΑΓΗ)

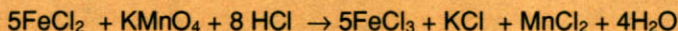
ΣΤΟΧΟΙ

Στο τέλος του πειράματος αυτού θα πρέπει να μπορείς:

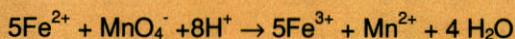
1. Να περιγράφεις την πιο ενδιαφέρουσα από τις οξειδομετρικές ογκομετρήσεις, την υπερμαγγανομετρία.
2. Να προσδιορίζεις Fe^{2+} με πρότυπο διάλυμα KMnO_4 και τη βοήθεια του αντιδραστηρίου του Zimmerman, ώστε να είναι δυνατός ο προσδιορισμός παρουσία Cl^- .

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΟ ΘΕΜΑ

Ο σίδηρος στις ενώσεις του εμφανίζεται ως Fe^{2+} ή Fe^{3+} . Οι ενώσεις όμως του Fe^{2+} , εύκολα οξειδώνονται στον αέρα προς τον Fe^{3+} , με αποτέλεσμα την συνύπαρξη συνήθως και των δύο οξειδωτικών καταστάσεων. Έτσι, ενώ ο Fe(II) είναι αναγωγικό και αντιδρά με ένα ισχυρό οξειδωτικό, όπως είναι το KMnO_4 , ο Fe(III) που είναι και σταθερότερος ως οξειδωτικό δεν αντιδρά με αυτό. Για το λόγο αυτό ο Fe^{3+} όταν προσδιορίζεται οξειδομετρικά πρέπει πρώτα να ανάγεται σε Fe^{2+} και μετά να ογκομετρείται με το διάλυμα του οξειδωτικού. Η διαδικασία αυτή προσδιορισμού των Fe^{2+} απαιτεί όσο το δυνατόν γρηγορότερους χειρισμούς, ώστε να αποφευχθεί η μερική οξείδωση του Fe . Το όξινο διάλυμα των Fe^{+2} ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα KMnO_4 με βάση την αντίδραση:



ή γενικότερα:



Ένα πρόβλημα που προκύπτει κατά τον παραπάνω προσδιορισμό με KMnO_4 οφείλεται στην παρουσία των ιόντων χλωρίου. Αυτά είτε υπάρχουν στο αρχικό δείγμα π.χ. FeCl_2 , είτε δημιουργούνται κατά τη διάλυση του αρχικού δείγματος με διάλυμα HCl . Με βάση τις τιμές των δυναμικών οξειδοαναγωγής τα Cl^- οξειδώνονται από το KMnO_4 και συνεπώς παρεμβάλλονται στον προσδιορισμό.



Όμως η δεύτερη ημιαντίδραση επηρεάζεται πολύ από την συγκέντρωση των H^+ , δηλαδή από την τιμή του pH. Με κατάλληλη τιμή pH είναι δυνατόν να μην οξειδώνονται τα Cl^- . Επίσης, έχει πειραματικά διαπιστωθεί ότι η παρουσία των ιόντων Mn^{2+} «προστατεύει» τα Cl^- από την οξείδωσή τους από MnO_4^- . Πιθανόν τα Mn^{2+} επιταχύνουν την οξείδωση των ιόντων σιδήρου με κάποια καταλυτική δράση.

Επίσης, το κίτρινο χρώμα των ιόντων Fe^{3+} παρουσία χλωριόντων, επηρεάζει το χρώμα στο ισοδύναμο σημείο. Αν προστεθεί στο διάλυμα H_3PO_4 , αυτό δεσμεύει τα ιόντα του Fe^{3+} προς άχρωμα σύμπλοκα και έτσι διευκολύνεται ο καθορισμός του ισοδυνάμου σημείου.

Αυτά τα σημεία εξασφαλίζει το αντιδραστήριο του Zimmerman το οποίο παρασκευάζεται από H_2SO_4 , H_3PO_4 και MnSO_4 .

ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

Για την εκτέλεση του πειράματος απαιτούνται:

1. Μία ογκομετρική φιάλη των 250 mL.
2. Σιφόνιο εκροής των 25 mL.
3. Κωνικές φιάλες των 500 mL και των 100 mL.
4. Λύχνος με πλέγμα και τρίτοδα.
5. Ογκομετρικοί κύλινδροι των 10 και 100 mL.

6. Προχοΐδα των 50 ή 25 mL.
7. Σταγονόμετρο.
8. Διάλυμα HCl (1:1 αραιώση από πυκνό).
9. Αντιδραστήριο του Zimmerman. Αυτό παρασκευάζεται με διάλυση 67 g κρυσταλλικού $\text{MnSO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ σε 500-600 mL νερό. Στο διάλυμα αυτό προστίθενται 139 mL πυκνό H_3PO_4 ($\rho = 1,7 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$) και 130 mL πυκνό H_2SO_4 . Το διάλυμα αραιώνεται σε τελικό όγκο 1 L.
10. Πρότυπο διάλυμα KMnO_4 0,02 M.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Το δείγμα που είναι διάλυμα μιας άγνωστης περιεκτικότητας σε FeCl_2 μεταφέρεται σε ογκομετρική των 250 mL και αραιώνεται με νερό μέχρι τη χαραγή. Από το διάλυμα αυτό λαμβάνονται με το σιφώνιο 25 mL και μεταφέρονται σε κωνική των 100 mL. Στο διάλυμα προστίθενται 10 mL αραιωμένο (1:1) HCl και το νέο διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού.

Ψύχεται τώρα το διάλυμα και μεταφέρεται σε κωνική των 500 mL, όπου και αραιώνεται με 200 mL απιονισμένο νερό. Στο μίγμα ως έχει, προστίθενται 50 mL από το αντιδραστήριο του Zimmerman. Το μίγμα τώρα τιτλοδοτείται με το διάλυμα του KMnO_4 μέχρις ότου εμφανιστεί μια ροζ απόχρωση σταθερή για περίπου 30 s.

Το πείραμα επαναλαμβάνεται άλλη μία φορά για καλύτερη ακρίβεια. Ο μέσος όρος των μετρήσεων θα είναι η βάση των υπολογισμών.

Πείραμα 6

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ H_2O_2 ΣΕ «ΟΞΥΖΕΝΕ» ΜΕ KMnO_4

ΣΤΟΧΟΙ

Στο τέλος του πειράματος αυτού θα πρέπει να μπορείς:

1. Να εκτελείς μια ογκομετρική μέθοδο ανάλυσης με KMnO_4 , χωρίς να έχεις ανάγκη από δείκτη.
2. Να κάνεις έλεγχο –αγορανομικό θα έλεγε κανείς– ενός εμπορικού φαρμακευτικού προϊόντος, του «οξυζενέ».

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΟ ΘΕΜΑ

Η *υπερμαγγανομετρία* είναι μια ογκομετρική μέθοδος, η οποία βασίζεται στην οξειδωτική δράση του KMnO_4 ή καλύτερα του MnO_4^- . Έτσι, πολλές αναγωγικές ουσίες, όπως π.χ. Fe^{2+} , $^-\text{OOC}-\text{COO}^-$ (οξαλικό ιόν), H_2O_2 , μεταλλικός σίδηρος κλπ., μπορούν να προσδιοριστούν.

Ο προσδιορισμός γίνεται συνήθως σε *όξινο περιβάλλον*, μέσω διαλύματος H_2SO_4 (μπορεί να δράσει σε ουδέτερο και αλκαλικό περιβάλλον). Σε όξινο περιβάλλον η *ημιαντίδραση αναγωγής* είναι:

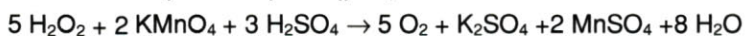


Οι παραγόμενες ενώσεις του Mn^{2+} είναι *άχρωμες* σε αντίθεση με το έντονο ιώδες χρώμα του KMnO_4 . Συνεπώς, το τέλος της αντίδρασης (*τελικό σημείο ογκομέτρησης*), φαίνεται με την επικράτηση του χρώματος αυτού (*ανοικτό ροζ...*). Ακόμα και μια σταγόνα διαλύματος 0,01 M σε KMnO_4 δίνει χαρακτηριστική χροιά σε 50 mL διαλύματος στο τέλος της αντίδρασης. Έχει λοιπόν το πλεονέκτημα το KMnO_4 σαν ογκομετρικό αντιδραστήριο, να **μην έχει ανάγκη δείκτη** για τον προσδιορισμό του τέλους της αντίδρασης.

Σαν παράδειγμα δίνονται οι στοιχειομετρικές αντιδράσεις της οξειδωσης FeSO_4 , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ και H_2O_2 από KMnO_4 σε όξινο από θειικό οξύ διάλυμα :

$10\text{FeSO}_4 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 5\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 2\text{MnSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$
(η αντίδραση αυτή αποτελεί τη βάση για τον προσδιορισμό σιδήρου γνωστή ως μέθοδο *Zimmerman*).

$5\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{KMnO}_4 + 8\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 10\text{CO}_2 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 2\text{MnSO}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$
(η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται για τον ακριβή έλεγχο του *τίτλου* του διαλύματος του KMnO_4 μια και το οξαλικό νάτριο είναι ένα σταθερό αντιδραστήριο).



Στην αντίδραση αυτή το αναγωγικό είναι το υπεροξείδιο του υδρογόνου. Το τελευταίο είναι ένα *επαμφοτερίζον* σώμα, μια και μπορεί να δράσει και ως οξειδωτική ουσία. Στην οξειδωτική μάλιστα αυτή ικανότητά του, στηρίζεται και η φαρμακευτική του χρήση σαν απολυμαντικό πληγών. Η παρουσία όμως του ισχυρότατου οξειδωτικού, όπως είναι το KMnO_4 , το «αναγκάζει» να δράσει αναγωγικά.

Τα διαλύματα του KMnO_4 δεν είναι σταθερά και δεν είναι δυνατόν να φυλάσσονται για πολύ χρόνο. Αυτό συμβαίνει, διότι όντας ισχυρό οξειδωτικό, αντιδρά με αμμωνία και οργανικές ενώσεις (ουσίες που μπορούν να υπάρχουν στο νερό). Επίσης, επειδή η διάσπασή του σύμφωνα με την :



επιταχύνεται από το ηλιακό φως, επιβάλλεται τα διαλύματα να φυλάσσονται σε σκοτεινόχρωμα μπουκάλια.

ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ

Για την εκτέλεση του πειράματος θα χρειαστούν:

1. Κωνική φιάλη των 100 mL.
2. Σιφόνιο των 25 mL.
3. Ογκομετρική φιάλη των 250 mL.
4. Προχοΐδα των 50 mL (ή δυνατόν με λευκή "ράχη").
5. Φιαλίδιο ζύγισης.

6. Ογκομετρικός κύλινδρος των 10 mL.
7. Πυκνό H_2SO_4 .
8. Διάλυμα H_2O_2 , 100 mL. (από το φαρμακείο).
9. Πρότυπο διάλυμα KMnO_4 0,1 M.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Επειδή τα διαλύματα του εμπορίου είναι περίπου 3 % κατά βάρος, το αρχικό διάλυμα του H_2O_2 πρέπει να αραιωθεί και ο προσδιορισμός να γίνει στο αραιωμένο διάλυμα. Έτσι :

1. Ζυγίζεται ακριβώς στο φιαλίδιο ζύγισης μια ποσότητα περί τα 0,5 g από το «οξυζενέ»
2. Το δείγμα αυτό αραιώνεται στα 250 mL στην ογκομετρική φιάλη, με απιονισμένο νερό.
3. Από την ογκομετρική φιάλη λαμβάνονται 25 mL με το σιφόνιο και μεταφέρονται στην κωνική φιάλη των 100 mL
4. Το διάλυμα οξινίζεται με 5 mL πυκνού H_2SO_4 με τη βοήθεια του ογκομετρικού κυλίνδρου (*προσοχή* στην προσθήκη του θεικού οξέος).
5. Ογκομετρείται το διάλυμα με το *πρότυπο διάλυμα* του KMnO_4 , μέχρις ότου επικρατήσει μια ροζ χροιά.*
6. Η διαδικασία επαναλαμβάνεται άλλη μια φορά και για τους υπολογισμούς χρησιμοποιείται ο μέσος όρος των δύο μετρήσεων.

* Επειδή το διάλυμα του KMnO_4 έχει έντονο χρώμα η ανάγνωση της ένδειξης της προχοΐδας είναι δύσκολη. Ανάψτε ένα σπίρτο και τοποθετήστε το πίσω από την προχοΐδα, ώστε να είναι εμφανής η θέση του μηνίσκου.

A ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΕΣ ΟΡΙΣΜΕΝΩΝ "ΠΥΚΝΩΝ" ΔΙΑΛΥΜΑΤΩΝ - ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΩΝ

Αντιδραστήριο	Περιεκτικότητα	
	%w/w	mol/L
Αμμωνία	27	14,3
Νιτρικό οξύ	68,0	15,2
Υδροχλωρικό οξύ	38,0	12,4
Θειικό οξύ	95,6	17,9
Υπερχλωρικό οξύ	31,6	3,8
Φωσφορικό οξύ	≥88	15,4
Οξικό οξύ (παγόμορφο)	≥99,8	≥17,5

Οι παραπάνω περιεκτικότητες αφορούν πυκνά διαλύματα του εμπορίου. Σε αυτά αναγράφεται η % σε βάρος περιεκτικότητα, % w/w, καθώς και η πυκνότητά τους, ρ σε g/mL. Με απλούς υπολογισμούς βρίσκεται η μοριακή σε όγκο συγκέντρωση, Molarity, σε mol/L.

B ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΚΥΡΙΟΤΕΡΩΝ ΔΙΑΛΥΜΑΤΩΝ ΟΡΙΣΜΕΝΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ

Παρακάτω αναφέρονται οι αναλογίες για την παρασκευή ορισμένων διαλυμάτων τα οποία θα χρησιμοποιηθούν για την τέλεση των πειραμάτων που περιλαμβάνονται στο εργαστηριακό αυτό πρόγραμμα. Τα διαλύματα αυτά για μεν τα οξέα και τις βάσεις είναι 1M και ο τελικός όγκος του διαλύματος είναι 100 mL. Τα αναφερόμενα σαν πυκνά είναι αυτά του "εμπορίου" τα οποία υπάρχουν στο εργαστήριο. Υπάρχει σχετικός πίνακας με την συγκέντρωση αυτών των διαλυμάτων παράρτημα Α.

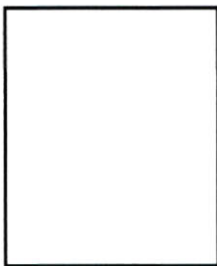
Για τα διαλύματα των αλάτων η συγκέντρωση είναι 0,1M για το καθένα. Αναφέρεται η ποσότητα του στερεού το οποίο θα διαλυθεί και θα αραιωθεί σε τελικό όγκο 100 mL.

Ουσία	Ποσότητα για τελικό όγκο 100 mL
Οξέα 1M	
HCl	8,3 mL πυκνού
HNO ₃	6,4 mL πυκνού
H ₂ SO ₄	5,5 mL πυκνού
CH ₃ COOH	5,7 mL πυκνού
Βάσεις 1M	
NaOH	4,0 g
KOH	5,61 g
NH ₃	6,63 mL πυκνού
*Ca(OH) ₂	0,36 g για κορεσμένο διάλυμα
*Mg(OH) ₂	0,01 g για κορεσμένο διάλυμα
*Ba(OH) ₂	1,90 g Ba(OH) ₂ ·H ₂ O για κορεσμ. διάλυμα

Άλατα 0,1M

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	3,75 g $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$
AgNO_3	1,70 g AgNO_3
$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$	2,61 g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$
BaCl_2	2,40 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	2,40 g $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
CH_3COONa	13,6 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$
$\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$	6,00 g ένυδρο του εμπορίου
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$	2,42 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
* CuSO_4 ,	20,00 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, 15 mL πυκνό H_2SO_4 σε 100 mL. Διάλ. για ηλεκτρόλυση 0,83M
FeCl_3	2,70 g $\text{FeCl}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$
FeSO_4	2,78 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ σε 0,01M H_2SO_4
KBr	1,20 g KBr
K_2CrO_4	1,94 g K_2CrO_4
$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	2,94 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
KI	1,66 g KI
KMnO_4	1,60 g KMnO_4
KSCN	0,97 g KSCN
MgCl_2	2,00 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
NaCl	0,58 g NaCl
NaI	1,50 g NaI
Na_2S	2,40 g $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$
Na_2SO_4	1,42 g Na_2SO_4 , άνυδρου ή 3,42 g ένυδρου
Na_2CrO_4	1,60 g Na_2CrO_4
NH_4NO_3	0,80 g NH_4NO_3
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	3,30 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	2,10 g $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$	3,30 g $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$
ZnSO_4	2,90 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

Με απόφαση της Ελληνικής Κυβέρνησης τα διδακτικά βιβλία του Δημοτικού, του Γυμνασίου και του Λυκείου τυπώνονται από τον Οργανισμό Εκδόσεως Διδακτικών Βιβλίων και διανέμονται δωρεάν στα Δημόσια Σχολεία. Τα βιβλία μπορεί να διατίθενται προς πώληση, όταν φέρουν βιβλιόσημο προς απόδειξη της γνησιότητάς τους. Κάθε αντίτυπο που διατίθεται προς πώληση και δε φέρει βιβλιόσημο θεωρείται κλεψίτυπο και ο παραβάτης διώκεται σύμφωνα με τις διατάξεις του άρθρου 7 του Νόμου 1129 της 15/21 Μαρτίου 1946 (ΦΕΚ 1946, 108, Α').



Απαγορεύεται η αναπαραγωγή οποιουδήποτε τμήματος αυτού του βιβλίου, που καλύπτεται από δικαιώματα (copyright), ή η χρήση του σε οποιαδήποτε μορφή, χωρίς τη γραπτή άδεια του Παιδαγωγικού Ινστιτούτου.