



ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΟ
ΕΚΠΑΙΔΕΥΤΙΚΟ
ΙΔΡΥΜΑ
—
ΤΕΙ ΗΠΕΙΡΟΥ

Γεωργική Χημεία

Εργαστηριακές ασκήσεις

Γεώργιος Παπαδόπουλος, Καθηγητής Τμ. Τεχνολόγων Γεωπόνων Τ.Ε.

Άδειες Χρήσης

Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό υπόκειται σε άδειες χρήσης Creative Commons. Για εκπαιδευτικό υλικό, όπως εικόνες, που υπόκειται σε άλλου τύπου άδειας χρήσης, η άδεια χρήσης αναφέρεται ρητώς.



Χρηματοδότηση

Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στα πλαίσια του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα. Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο ΤΕΙ Ηπείρου**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο τη αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.



Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



5^η Άσκηση: ΟΓΚΟΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΕΞΟΥΔΕΤΕΡΩΣΗΣ Αλκαλιμετρία - Οξυμετρία

Βασιλική Καραγιάννη, Αγγελική Ζαρλαχά, Γιώργος Κ. Παπαδόπουλος

A. Θεωρητικό μέρος

1. Ογκομετρική Ανάλυση

Η ογκομετρική ανάλυση είναι μια από τις πιο χρήσιμες και πιο ευρέως εφαρμοζόμενες αναλυτικές μεθόδους. Στην ογκομετρική ανάλυση προσδιορίζεται ποσοτικά μια ουσία με μέτρηση του όγκου του διαλύματος ενός αντιδραστηρίου γνωστής συγκέντρωσης που απαιτείται για να αντιδράσει ποσοτικά με γνωστό όγκο διαλύματος της ουσίας.

2. Ορισμένες έννοιες χρήσιμες στην ογκομετρική ανάλυση

Πρότυπο διάλυμα ή τιτλοδότης: Διάλυμα αντιδραστηρίου του οποίου η συγκέντρωση είναι γνωστή με ακρίβεια.

Προχοΐδα: όργανο προσθήκης και μέτρησης όγκου του προτύπου (συνήθως) διαλύματος (Σχήμα 1).

Ογκομέτρηση ή τιτλοδότηση: η διαδικασία κατά την οποία ένα πρότυπο διάλυμα προστίθεται αργά από μια προχοΐδα σε ένα διάλυμα ουσίας (Σχήμα 2) μέχρι να ολοκληρωθεί η αντίδραση. Ο όγκος που απαιτείται για την τιτλοδότηση βρίσκεται από την διαφορά της αρχικής από την τελική ένδειξη της προχοΐδας (Σχήμα 3). Με τιτλοδότηση εννοούμε τον προσδιορισμό της άγνωστης συγκέντρωσης ενός συγκεκριμένου διαλύματος. *Τίτλος* είναι ο παλιός επιστημονικός όρος για τη συγκέντρωση μιας ουσίας, ενός διαλύματος κλπ.

Ισοδύναμο σημείο: είναι το σημείο εκείνο της αντίδρασης στο οποίο η ποσότητα του προστιθέμενου διαλύματος είναι χημικά ισοδύναμη προς την ποσότητα της αναλυόμενης ουσίας στο δείγμα. Το ισοδύναμο σημείο είναι ένα *θεωρητικό σημείο* και δεν μπορεί εύκολα να προσδιοριστεί πειραματικά, *ιδιαίτερα αν ο προσδιορισμός γίνεται με δείκτες*.

Οπισθοογκομέτρηση: μερικές φορές είναι απαραίτητο να προσθέσουμε περίσσεια προτύπου διαλύματος στο αναλυόμενο δείγμα και να προσδιορίσουμε κατόπιν την ποσότητα του προτύπου διαλύματος που δεν αντέδρασε με προσθήκη ενός νέου προτύπου διαλύματος.

Τελικό σημείο: είναι το σημείο της αντίδρασης στο οποίο θεωρείται ότι έχει περατωθεί η ογκομέτρηση και το οποίο μπορεί να ανιχνευθεί πειραματικά από κάποια αλλαγή στις φυσικές ή χημικές ιδιότητες του διαλύματος (πχ αλλαγή χρώματος, σχηματισμός ιζήματος κλπ). Στην πράξη πολλές χημικές ουσίες δεν ευνοούν την εμφάνιση τέτοιων μακροσκοπικών αλλαγών. Στις περιπτώσεις αυτές προστίθεται μια τρίτη ουσία που αντιδρά μόνο όταν η κύρια αντίδραση έχει ολοκληρωθεί. Τέτοιες ουσίες λέγονται *δείκτες* και προκαλούν την εμφάνιση ή την εξαφάνιση χρώματος, την αλλαγή από ένα χρώμα σε άλλο ή την εμφάνιση ή εξαφάνιση της θολότητας του διαλύματος.

Σφάλμα της ογκομέτρησης: είναι η διαφορά μεταξύ τελικού και ισοδύναμου σημείου.
Θα το καταλάβετε καλύτερα αν μελετήσετε τα Σχήματα 4 και 5, και συνειδητοποιήσετε σε ποιο pH καταγράφουμε πειραματικά την ισοδυναμία, και σε ποιο pH συμβαίνει πραγματικά αυτή η ισοδυναμία.

3. Προϋποθέσεις για να χρησιμοποιηθεί μια χημική αντίδραση στην ογκομετρική ανάλυση.

- 1) Η αντίδραση πρέπει να είναι στοιχειομετρική.
- 2) Η αντίδραση πρέπει να είναι ποσοτική.
- 3) Η αντίδραση πρέπει να είναι ταχεία.
- 4) Πρέπει να υπάρχει τρόπος καθορισμού του τελικού σημείου (με δείκτες ή με φυσικοχημικές μεθόδους).

4. Ταξινόμηση των ογκομετρικών μεθόδων ανάλυσης

Ανάλογα με τον τύπο της χημικής αντίδρασης διακρίνονται σε:

- 1) Ογκομετρήσεις εξουδετέρωσης.
- 2) Οξειδοαναγωγικές ογκομετρήσεις.
- 3) Ογκομετρήσεις καθιζήσεως (σχηματισμός ιζήματος).
- 4) Συμπλοκομετρικές ογκομετρήσεις (σχηματισμός συμπλοκών ενώσεων π.χ. Ca^{2+} με EDTA)

5. Ογκομετρήσεις εξουδετέρωσης (Οξύμετρία-Αλκαλιμετρία)

Η οξύμετρία είναι ο κλάδος της ογκομέτρησης που περιλαμβάνει προσδιορισμό συγκεντρώσεων βάσεων με πρότυπο διάλυμα οξέος. Ενώ, αλκαλιμετρία έχουμε όταν ογκομετρείται ένα οξύ με πρότυπο διάλυμα βάσης.

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα είναι η εξής:



Κατά τη διάρκεια της ογκομέτρησης με οξέα ή βάσεις (οξύμετρία ή αλκαλιμετρία) το pH του ογκομετρούμενου διαλύματος μεταβάλλεται συνεχώς. Αν παραστήσουμε γραφικά τη τιμή του pH του αγνώστου διαλύματος, όπως διαβάζει ένα pH-μετρο, σε συνάρτηση με τον όγκο του προστιθέμενου πρότυπου διαλύματος, παίρνουμε την καμπύλη ογκομέτρησης.

Στα Σχήματα 4 και 5 δίνεται η καμπύλη ογκομέτρησης ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση.

Στη σημερινή άσκηση θα γίνει ο προσδιορισμός της οξύτητας αγνώστου διαλύματος χρησιμοποιώντας διάλυμα βάσης γνωστής συγκέντρωσης (αλκαλιμετρία).

B. Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια-Σκεύη

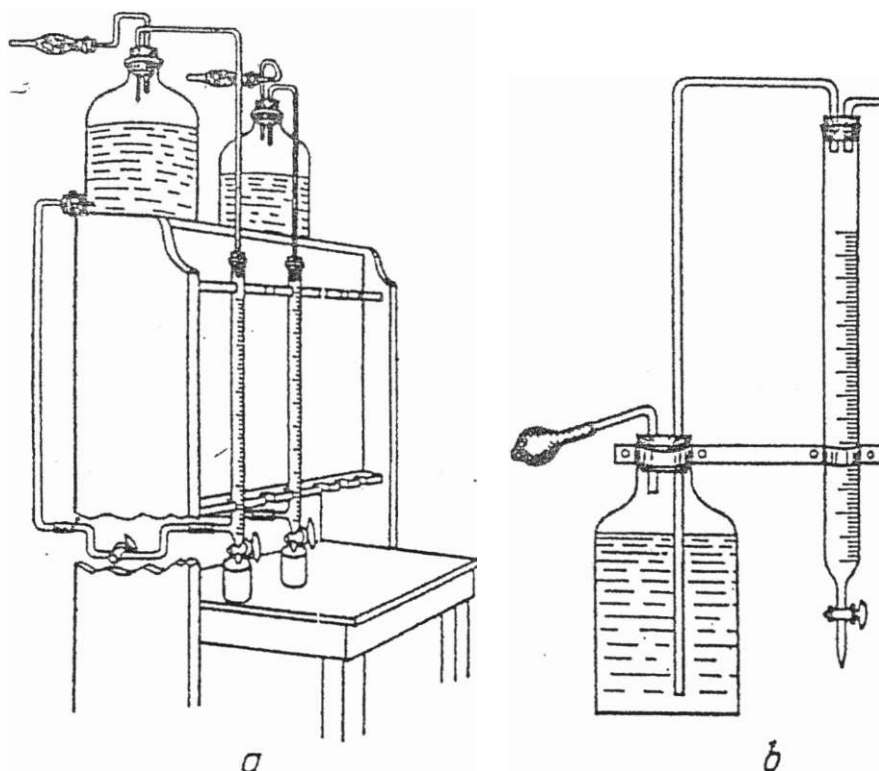
1. Πρότυπο διάλυμα NaOH κανονικότητας 0,1000 N
2. Διάλυμα φαινολοφθαλεΐνης συγκέντρωσης 0,5 % σε 50 % (v/v) αιθανόλη
3. Προχοΐδα των 50 mL
4. Κωνικές φιάλες των 250 mL
5. Σιφόνιο των 20 mL

Εκτέλεση προσδιορισμού

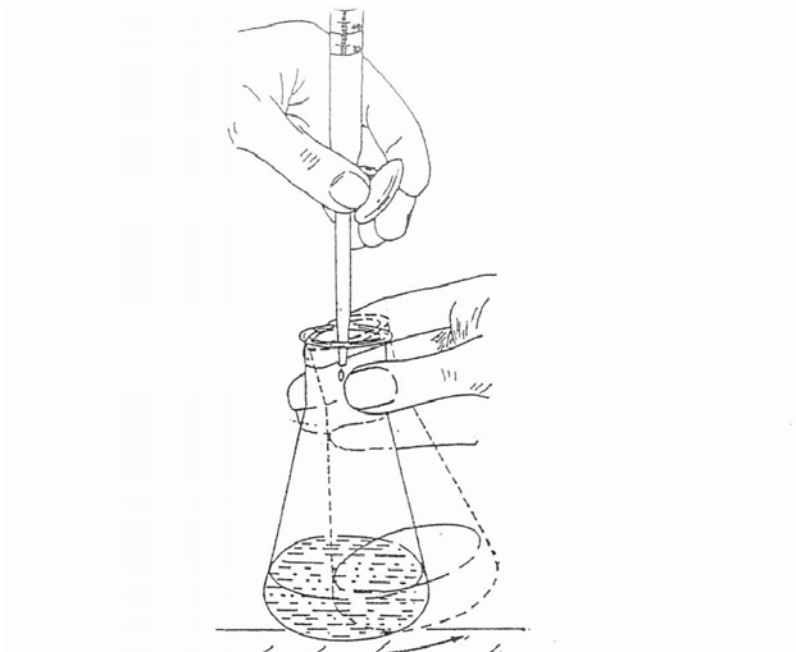
Σε κωνική φιάλη των 250 mL φέρονται 20 mL του αγνώστου διαλύματος, 30 mL απεσταγμένου νερού και 3-4 σταγόνες δείκτη φαινολοφθαλείνης και το μίγμα ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα NaOH, το οποίο βρίσκεται ήδη στη προχοΐδα με προσθήκη *στάγδην* (σταγόνα-σταγόνα), μέχρι το διάλυμα να πάρει ρόδινο χρώμα. *Η ανάλυση επαναλαμβάνεται ακόμη δύο φορές.*

Θα πρέπει στη συνέχεια να υπολογιστούν οι τιμές της κανονικότητας (με βάση τη σχέση $N_1V_1 = N_2V_2$) και να εξαχθεί ο μέσος όρος των τιμών αυτών. Θυμηθείτε ότι αυτός ο τύπος έχει πολύ γενική εφαρμογή (εξουδετερώσεις, όπως εδώ, αραιώσεις, ισοδυναμίες κλπ). Λέει απλά ότι η αρχική ποσότητα μιας ένωσης ισούται με τη τελική ποσότητα (π.χ. αραιώση της ένωσης) ή ότι οι δύο ενώσεις που αλληλο-εξουδετερώνονται είναι ισοδύναμες (όπως σε οξυμετρία και αλκαλιμετρία).

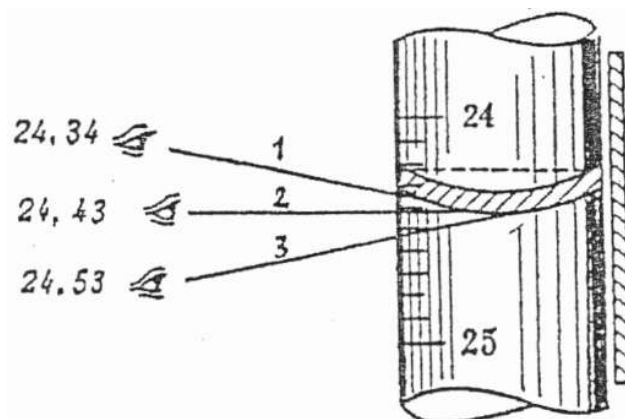
ΠΡΟΣΟΧΗ! *Επειδή η άσκηση αυτή πρέπει να γίνει υπό την στενή παρακολούθηση ενός από τους επιβλέποντες, ενώ δύο ομάδες θα εκτελούν τιτλοδότηση οι υπόλοιπες τρεις ομάδες θα πρέπει να προσπαθήσουν να λύσουν τις ασκήσεις και ερωτήσεις στο τέλος αυτής της Εργαστηριακής Άσκησης.*



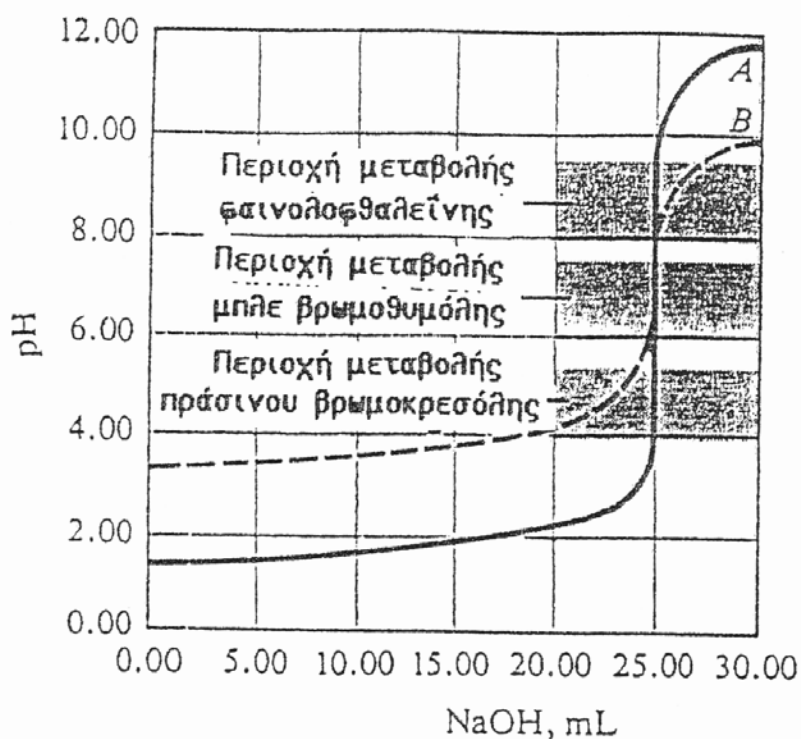
Σχήμα 1. α. Διάφοροι τύποι προχοϊδων. β: Σύνδεση προχοϊδων με φιάλες που περιέχουν πρότυπο διάλυμα.



Σχήμα 2. Ορθός χειρισμός της στρόφιγγας της προχοϊδας και της κωνικής φιάλης κατά την ογκομέτρηση.

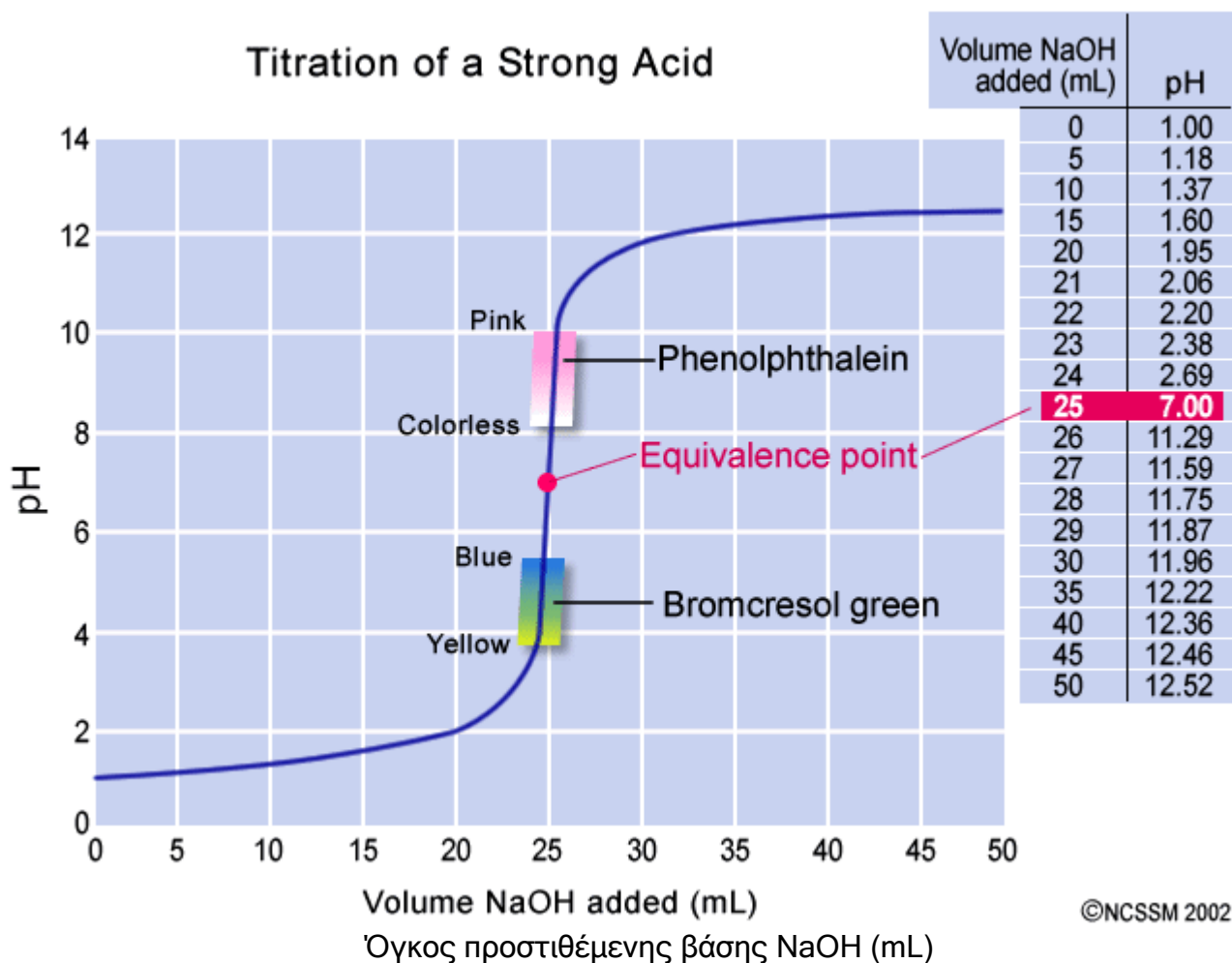


Σχήμα 3. Ανάγνωση προχοϊδας. Το μάτι πρέπει να βρίσκεται σε ευθεία σε σχέση με το κάτω μέρος του μηνίσκου (για άχρωμα διαλύματα) ή σε σχέση με το πάνω μέρος του (για έγχρωμα διαλύματα). 1: χαμηλή ανάγνωση, 2: ορθή ανάγνωση, 3: υψηλή ανάγνωση.



Σχήμα 4. Καμπύλη ογκομέτρησης HCl με πρότυπο διάλυμα NaOH.
 A. 50 mL διαλύματος HCl, 0.0500 N, με 0.1000 N NaOH.
 B. 50 mL διαλύματος HCl, 0.0005 N, με 0.001 N NaOH.

Τιτλοδότηση ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση



Σχήμα 5. Τιτλοδότηση ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση. Εδώ η τιτλοδότηση γίνεται με τη βοήθεια pH-μέτρου, οπότε μπορεί να υπάρξει μεγάλη ακρίβεια στον προσδιορισμό του ισοδύναμου σημείου (pH = 7,0). Αντίθετα, αν χρησιμοποιηθούν δείκτες, θα προσδιοριστεί ως ισοδυναμία ένα σημείο όπου το pH είναι περίπου 5 (αν ο δείκτης είναι το πράσινο της βρωμοκρεσόλης) ή περίπου 9 (αν ο δείκτης είναι η φαινολοφθαλείνη). Προσέξτε τον πίνακα δεξιά όπου παραθέτονται για κάθε προσθήκη συγκεκριμένου όγκου βάσης (NaOH) οι αντίστοιχες τιμές pH. Προσέξτε επίσης πόσο ραγδαία μεταβάλλεται το pH κοντά στο σημείο ισοδυναμίας (γιατί;).
 Πηγή: Google, με λέξεις κλειδιά titration of acid by base, 9/12/13.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Ευστ. Ταμουτσίδη, *Γεωργική Χημεία*, έκδοση ίδιου, Β' έκδοση, 2008
2. Μ. Λάλια – Καντούρη και Στ. Παπαστεφάνου, *Γενική και Ανόργανη Χημεία*, 2^η έκδοση, Εκδόσεις Ζήτη, Θεσσαλονίκη, 2012
3. Κ.Δ. Ξένου και Ευγ. Ξένου, *Γενική και Ανόργανη Χημεία*, Μακεδονικές Εκδόσεις, Θεσσαλονίκη, 2009
4. Ν. Λυδάκη-Σημαντήρη. *Γενική χημεία και ενόργανη ανάλυση: Θέματα και εργαστηριακές ασκήσεις*. Εκδόσεις Τζιόλα, 2009, 408 σελ.
5. G. Nelson Eby, "*Principles of Environmental Geochemistry*", 2004, Thomson, Brooks / Cole, μετάφραση Νίκος Λυδάκης-Σημαντήρης, 2011, Εκδόσεις Κωσταράκη,
6. J. Clark, R. Switzer. *Πειραματική Βιοχημεία*. 2^η έκδοση. Πανεπιστημιακές Εκδόσεις Κρήτης, Ηράκλειο 2000.

ΑΣΚΗΣΕΙΣ

Οι απαντήσεις να γραφτούν στο εργαστηριακό σας τετράδιο.

1. Σας δίνονται τα παρακάτω αποτελέσματα για τιτλοδότηση άγνωστου διαλύματος οξέος, όγκου 20 mL, από βάση συγκέντρωσης 0,2 N. Ο όγκος της βάσης που καταναλώνεται είναι $5,0 \pm 0,1$ mL (μέσος όρος τριών μετρήσεων). Να βρείτε την συγκέντρωση του άγνωστου οξέος. Να βρείτε στη συνέχεια το πιθανό σφάλμα σε αυτό τον προσδιορισμό.
2. Για ποιο λόγο προτιμούμε όλες οι συγκεντρώσεις να εκφράζονται σε N και όχι σε M;
3. Σας δίνονται τα παρακάτω αποτελέσματα για τιτλοδότηση άγνωστου διαλύματος βάσης, όγκου 25 mL, από οξύ συγκέντρωσης 0,1 N. Ο όγκος του οξέος που καταναλώνεται σε τρεις διαφορετικές μετρήσεις είναι 12,3 mL, 12, 5 mL και 14,8 mL. Τι πρέπει να κάνετε σε αυτή τη περίπτωση; Ποια είναι η συγκέντρωση της βάσης;
4. Στα Σχήματα 4 και 5 που έχουμε τιτλοδότηση ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση σε ποια τιμή pH έχουμε ισοδυναμία; Θα είχαμε το ίδιο αποτέλεσμα αν είχαμε τιτλοδότηση ασθενούς οξέος από ισχυρή βάση; Γιατί;
5. Σε πολλά βιβλία χημείας θα δείτε να αναφέρονται τα *ιόντα υδρογόνου ως πρωτόνια*. Ισχύει;
6. Ποια είναι η πραγματική κατάσταση των ιόντων υδρογόνου, H^+ , σε ένα υδατικό διάλυμα;
7. Αναφέρατε ένα παράδειγμα στη καθημερινότητά μας όπου χρειάζεται να κάνουμε εξουδετέρωση οξέος με βάση.