

***ΦΡΟΝΤΙΣΤΗΡΙΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ ΝΟ 1
ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΟ ΦΡΟΝΤΙΣΤΗΡΙΟ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ ΠΟΣΟΤΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ***

Ελένη Αρχοντάκη

Αθήνα, 2012

ΓΕΝΙΚΕΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΟΔΗΓΙΕΣ

ΓΙΑ ΤΗΝ ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

ΣΚΟΠΟΣ ΤΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΑΣΚΗΣΕΩΝ

1. Κατανόηση Θεμελιωδών Εννοιών της Χημείας
2. Εξοικείωση με τις συνηθέστερες κατηγορίες Ποσοτικής Ανάλυσης
3. Εκμάθηση Εργαστηριακών Τεχνικών
4. Απόκτηση δεξιάτητας – Πείρας – Κατάλληλων εργαστηριακών συνηθειών (π.χ. αξιοποίηση διαθέσιμου χρόνου, τήρηση ημερολογίου, κλπ.)

ΠΡΟΫΠΟΘΕΣΕΙΣ

1. Εξοικείωση με τα αντιδραστήρια, σκεύη και όργανα
2. Μελέτη της αντίστοιχης θεωρίας
3. Δημιουργική θεώρηση της εργαστηριακής άσκησης (όχι τυφλή εφαρμογή συνταγολογίου μαγειρικής)

ΚΑΝΟΝΕΣ ΚΑΙ ΜΕΤΡΑ ΑΣΦΑΛΕΙΑΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ

- ◆ Εργαστηριακή Μπλούζα
- ◆ Γυαλιά Ασφαλείας
- ◆ Διατήρηση του χώρου εργασίας καθαρού
- ◆ Αραίωση πυκνών οξέων: προσθήκη του π. οξέος στο H₂O και όχι αντιστρόφως
- ◆ Τρίδρομο πουάρ
- ◆ Προσοχή στα γυάλινα σκεύη

➤ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑΤΙΣΜΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

➤ ΤΗΡΗΣΗ ΗΜΕΡΟΛΟΓΙΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ

(όλα τα δεδομένα γράφονται κατευθείαν στο ημερολόγιο και όχι σε χαρτάκια ή πρόχειρα τετράδια)

Υπόδειγμα γραφής ημερολογίου (Ογκομετρ. Ανάλ.): συμπεριλαμβάνεται στις παρούσες σημειώσεις

➤ ΚΑΘΑΡΙΟΤΗΤΑ – ΤΑΞΗ

* Δεν σπαταλάμε το απιονισμένο H₂O

** Κλειδώνουμε τη θέση μας πριν φύγουμε (λουκέτα)

ΗΜΕΡΟΛΟΓΙΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ

- Στην ετικέτα εκτός από τα στοιχεία σας, αναγραφή του Αριθμού Θέσεως στο Εργαστήριο Αναλυτικής Χημείας
- Αρίθμηση όλων των σελίδων του τετραδίου από την αρχή μέχρι το τέλος του
- Στην πρώτη σελίδα, Πίνακας Περιεχομένων
- Ημερομηνία σε κάθε εργαστηριακή ενότητα
- ☛ Το έχετε πάντα μαζί σας και σημειώνετε τα βάρη και τους όγκους κατ' ευθείαν σ' αυτό (και υπολογισμούς)

* **Δεν αφαιρείτε σελίδες**

** Γράφετε μόνο με στυλό (όχι μολύβι)

*** Για κάθε άσκηση χρησιμοποιείτε 5 σελίδες

1η σελίδα (δεξιά): Αρχή μεθόδου (περιληπτικά) - Χημικές εξισώσεις

2η και 4η σελίδες (αριστ.): Πρόχειρο - Πειραματικά δεδομένα –Υπολογισμοί

3η σελίδα (δεξιά): Υπολογισμός κανονικότητας - στατιστική
επεξεργασία

5η σελίδα (δεξιά): Υπολογισμός περιεκτικότητας - στατιστική
επεξεργασία

**** **Δε σβήνετε με blanco**, αλλά διαγράφετε

ΥΠΟΔΕΙΓΜΑ ΓΡΑΦΗΣ ΗΜΕΡΟΛΟΓΙΟΥ ΓΙΑ ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

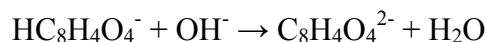
(Έχει ληφθεί από το βιβλίο «Ποσοτική Ανάλυση» των Θ.Π. Χατζηγιάννου, Α.Κ. Καλοκαιρινού και Μ. Τιμοθέου-Ποταμιά, Αθήνα 1998, Κεφάλαιο 10)

Πρώτη σελίδα δεξιά

Άσκηση 1. Ογκομετρικός προσδιορισμός όξινου φθαλικού καλίου (ΚΗΡ)

Αρχή Μεθόδου

Ο ογκομετρικός προσδιορισμός όξινου φθαλικού καλίου γίνεται με πρότυπο διάλυμα NaOH, παρουσία δείκτη φαινολοφθαλεΐνης (αλλαγή χρώματος στην περιοχή pH 8,0-9,8). Το τελικό σημείο της ογκομέτρησης καθορίζεται από τη σταθερή ρόδινη χροιά που εμφανίζεται στο ογκομετρούμενο διάλυμα. Το διάλυμα του NaOH τιτλοδοτείται με όξινο φθαλικό κάλιο (πρωτογενής πρότυπη ουσία) καθαρότητας 99,95 %.



Βιβλιογραφία

Αναγράφονται τα στοιχεία της πηγής που χρησιμοποιήθηκε για την περιγραφή της άσκησης.

Δεύτερη σελίδα αριστερά

Πρόχειρο-Υπολογισμοί για την εύρεση της κανονικότητας του NaOH

1. Αναγράφονται τα πειραματικά δεδομένα, που αφορούν στην τιτλοδότηση (βάρη πρωτογενούς προτύπου, όγκοι NaOH). Επίσης, σημειώνεται και αιτιολογείται η τυχόν απόρριψη κάποιας πειραματικής τιμής.
2. Υπολογισμοί:

$$N_1 = \frac{(0,7958 \text{ g πρωτογενούς προτύπου KHP}) \times (1000 \text{ mg/g})}{204,23 \text{ mg KHP/meq} \times (36,48 \text{ ml NaOH})} = 0,1068 \text{ meq/ml}$$

$$N_2 = \frac{(0,8236 \text{ g πρωτογενούς προτύπου KHP}) \times (1000 \text{ mg/g})}{204,23 \text{ mg KHP/meq} \times (37,65 \text{ ml NaOH})} = 0,1071 \text{ meq/ml}$$

$$N_3 = \frac{(0,7299 \text{ g πρωτογενούς προτύπου KHP}) \times (1000 \text{ mg/g})}{204,23 \text{ mg KHP/meq} \times (33,43 \text{ ml NaOH})} = 0,1069 \text{ meq/ml}$$

$$\bar{N} = \frac{N_1 + N_2 + N_3}{3} = \frac{0,1068 + 0,1071 + 0,1069}{3} = 0,1069 \text{ meq/ml}$$

$$R = N_{\mu\epsilon\gamma} - N_{\epsilon\lambda\alpha\chi} = 0,1071 - 0,1068 = 0,0003 \text{ meq/ml}$$

$$\% R = \frac{R}{\bar{N}} \times 100 = \frac{0,0003}{0,1069} \times 100 = 0,3 \%$$

$$s = 0,0002 \text{ meq/ml}$$

Όρια εμπιστοσύνης για την αληθινή τιμή (για στάθμη εμπιστοσύνης 95 %):

$$\mu = \bar{N} \pm \frac{t \times s}{\sqrt{3}} = 0,1069 \pm \frac{4,303 \times 0,0002}{\sqrt{3}} = 0,1069 \text{ N} \pm 0,0005 \text{ N}$$

Τρίτη σελίδα δεξιά

Πειραματικά δεδομένα και αποτελέσματα

	Δείγμα		
	1	2	3
Βάρος KHP, g	0,7958	0,8236	0,7299
Τελική ανάγνωση προχοΐδας	37,50	37,65	33,90
Αρχική ανάγνωση προχοΐδας	1,02	0,00	0,47
Όγκος διαλύματος NaOH, mL	36,48	37,65	33,43
Κανονικότητα, N	0,1068	0,1071	0,1069

Μέση κανονικότητα, $\bar{N} = 0,1069 \text{ meq/mL}$

% R = 0,3%

Τυπική απόκλιση, $s = 0,0002 \text{ meq/mL}$

Όρια εμπιστοσύνης για αληθινή τιμή: $\mu = 0,1069 \text{ N} \pm 0,0005 \text{ N}$ (για αξιοπιστία 95 %)

Τέταρτη σελίδα αριστερά

Πρόχειρο-Υπολογισμοί για την εύρεση της περιεκτικότητας του άγνωστου δείγματος

1. Αναγράφονται τα πειραματικά δεδομένα, που αφορούν στην ογκομέτρηση του άγνωστου δείγματος (π.χ. βάρη δείγματος, όγκοι NaOH). Επίσης, σημειώνεται και αιτιολογείται η τυχόν απόρριψη κάποιας πειραματικής τιμής.

2. Υπολογισμοί:

$$\% KHP_1 = \frac{0,1069 \frac{meq}{mL} \times 30,35 mL NaOH \times 204,23 mg KHP/meq}{1,5036 g \text{ δείγματος} \times 1000 mg/g} \times 100 = 44,07$$

$$\% KHP_2 = \frac{0,1069 \frac{meq}{mL} \times 30,14 mL NaOH \times 204,23 mg KHP/meq}{1,4936 g \text{ δείγματος} \times 1000 mg/g} \times 100 = 44,06$$

$$\% KHP_3 = \frac{0,1069 \frac{meq}{mL} \times 30,73 mL NaOH \times 204,23 mg KHP/meq}{1,5221 g \text{ δείγματος} \times 1000 mg/g} \times 100 = 44,08$$

$$\text{Μέση περιεκτικότητα: } \% KHP = \frac{44,07 + 44,06 + 44,08}{3} = 44,07$$

$$R = \% KHP_{\mu\epsilon\gamma} - \% KHP_{\epsilon\lambda\acute{\alpha}\chi} = 44,08 - 44,06 = 0,02$$

$$\% R = \frac{R}{\% KHP} \times 100 = \frac{0,02}{44,07} \times 100 = 0,05 \%$$

$$s = 0,01 \%$$

Όρια εμπιστοσύνης για την αληθινή τιμή (για στάθμη εμπιστοσύνης 95 %):

$$\mu = \overline{\% KHP} \pm \frac{t \times s}{\sqrt{3}} = 44,07 \pm \frac{4,303 \times 0,01}{\sqrt{3}} = (44,07 \pm 0,02)\% KHP$$

Πέμπτη σελίδα δεξιά

Συνοπτική έκθεση πειραματικών δεδομένων και αποτελεσμάτων προσδιορισμού

KHP

Όνοματεπώνυμο:.....

Τμήμα:.....

Αριθμός Θέσης:.....

Ημερομηνία εκτέλεσης της άσκησης:.....

Πειραματικά δεδομένα και αποτελέσματα

	Δείγμα		
	1	2	3
Βάρος άγνωστου δείγματος, g	1,5036	1,4936	1,5221
Τελική ανάγνωση προχοϊδας	32,35	30,24	30,78
Αρχική ανάγνωση προχοϊδας	2,00	0,10	0,05
Όγκος διαλύματος NaOH, mL	30,35	30,14	30,73
% KHP	44,07	44,06	44,08

Μέση περιεκτικότητα % KHP = 44,07

% R = 0,05 %

Τυπική απόκλιση, s = 0,01 %

Όρια εμπιστοσύνης για αληθινή τιμή: $\mu = (44,07 \pm 0,02) \% \text{ KHP}$ (για αξιοπιστία 95%)

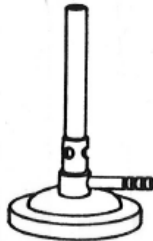
Έκτη σελίδα αριστερά

Στη σελίδα αυτή γράφονται οι απαντήσεις στις ερωτήσεις.

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

(Τα σχήματα έχουν ληφθεί από το βιβλίο «Ποσοτική Ανάλυση» των Θ.Π. Χατζηιωάννου, Α.Κ. Καλοκαιρινού και Μ. Τιμοθέου-Ποταμά, Αθήνα 1998, Κεφάλαιο 10-11)

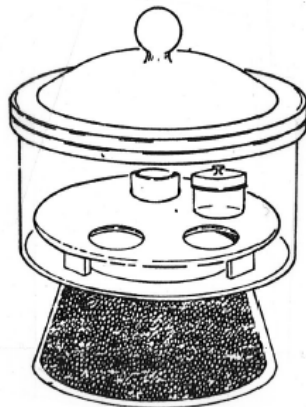
1. Λύχνος Bunsen



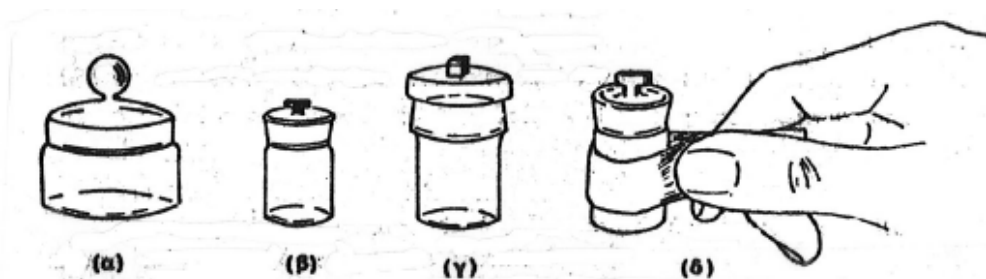
2. Υδροβολέας



3. Ξηραντήρας



4. Φιαλίδια ζύγισης και χειρισμός τους



ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΖΥΓΟΣ

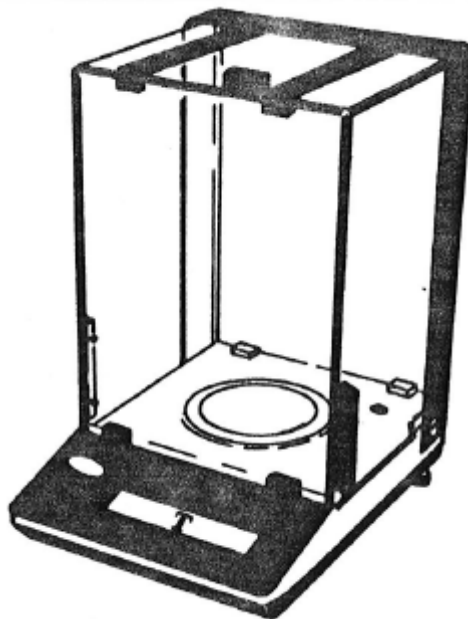
Είναι το βασικό και το ακριβέστερο όργανο ενός χημικού εργαστηρίου, που μετράει μάζα (g).

- Ανάγνωση μάζας με 4 ή 5 δεκαδικά ψηφία (π.χ. 0,1523 g)

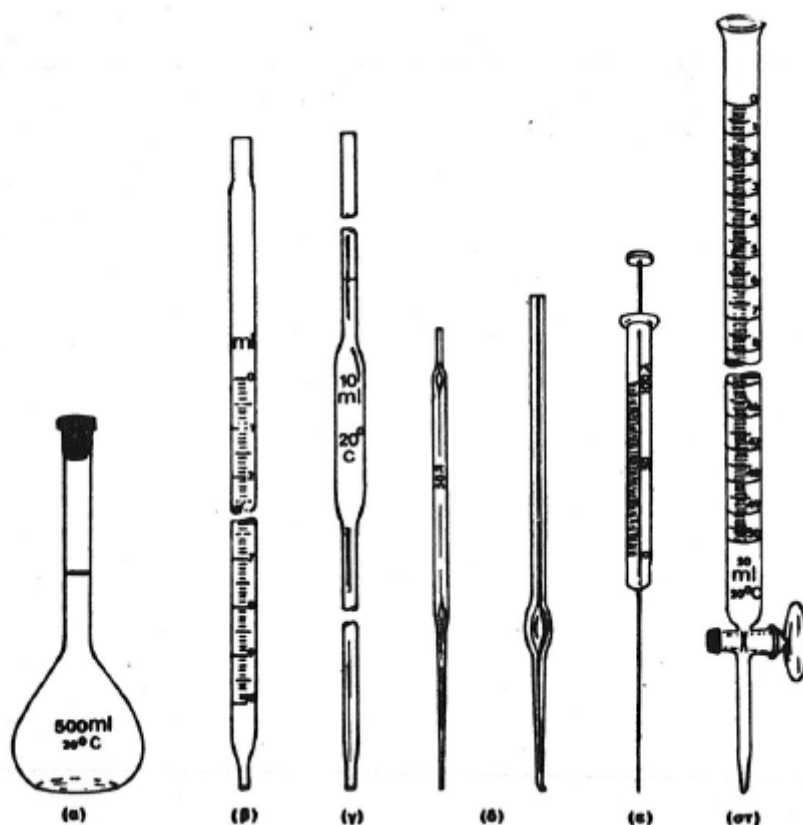
Κατηγορίες

- Μηχανικός Αναλυτικός ζυγός
- Ηλεκτρονικός Αναλυτικός ζυγός (χρήση ξηραντικού, δε ζυγίζονται πτητικές ή τοξικές ουσίες, ό,τι ζυγίζεται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος με καθαρή και στεγνή σπάτουλα)

Τρόπος ζύγισης



ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΑ ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ



Ακριβής μέτρηση όγκου:

Ογκομετρικές Φιάλες

Σιφόνια

Προχοΐδα

Μικρότερη ακρίβεια: Ογκομετρικοί Κύλινδροι

- ◆ Τα ογκομετρικά γυάλινα σκεύη βαθμονομούνται έτσι ώστε, είτε να περιέχουν, είτε να παρέχουν καθορισμένο όγκο υγρού, συνήθως 20 °C
- ◆ Πολύ θερμά υγρά δυνατόν να προκαλέσουν μόνιμες μεταβολές στον όγκο των γυάλινων σκευών
- ◆ Να πλένονται καλά για να μην κατακρατούν ποσότητες διαλύματος και προκαλούνται σφάλματα

ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΕΣ ΦΙΑΛΕΣ

Βαθμονομημένες να *περιέχουν* και όχι να *παρέχουν* ορισμένο όγκο υγρού.

- Δε χρησιμοποιούνται για τη λήψη ορισμένων όγκων διαλύματος
- Χρησιμοποιούνται για:

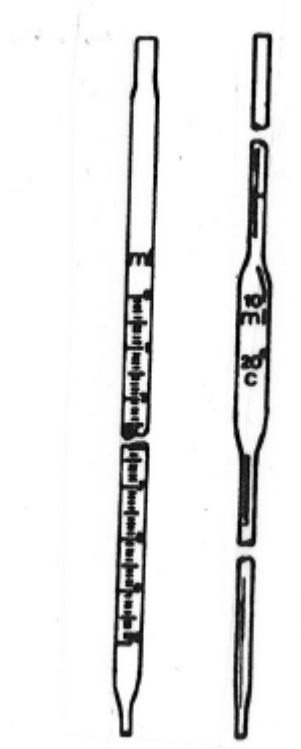


- i. την παρασκευή προτύπων διαλυμάτων, με ζύγιση πρότυπης ουσίας, διάλυση αυτής και αραίωση του διαλύματος μέχρι ορισμένου όγκου (*μέχρι τη χαραγή*)
- ii. αραίωση διαλυμάτων μέχρι ορισμένου όγκου

- ◆ Δεν είναι σκεύη φύλαξης διαλυμάτων
(π.χ. αλκαλικά διαλύματα προσβάλλουν το γυαλί και τα εσφυρισμένα πώματα)
- ◆ Ανάμιξη καλή τουλάχιστον 30 φορές

Τι κάνουμε όταν ξεπεράσουμε τη χαραγή;

ΣΙΦΩΝΙΑ



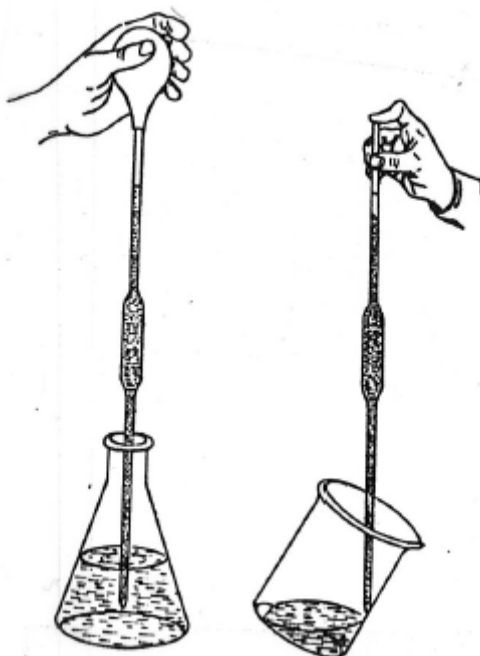
◆ **Σιφώνια μέτρησης:** βαθμολογημένος σωλήνας

➤ μπορούμε να πάρουμε οποιοδήποτε όγκο

◆ **Σιφώνια πλήρωσης:**

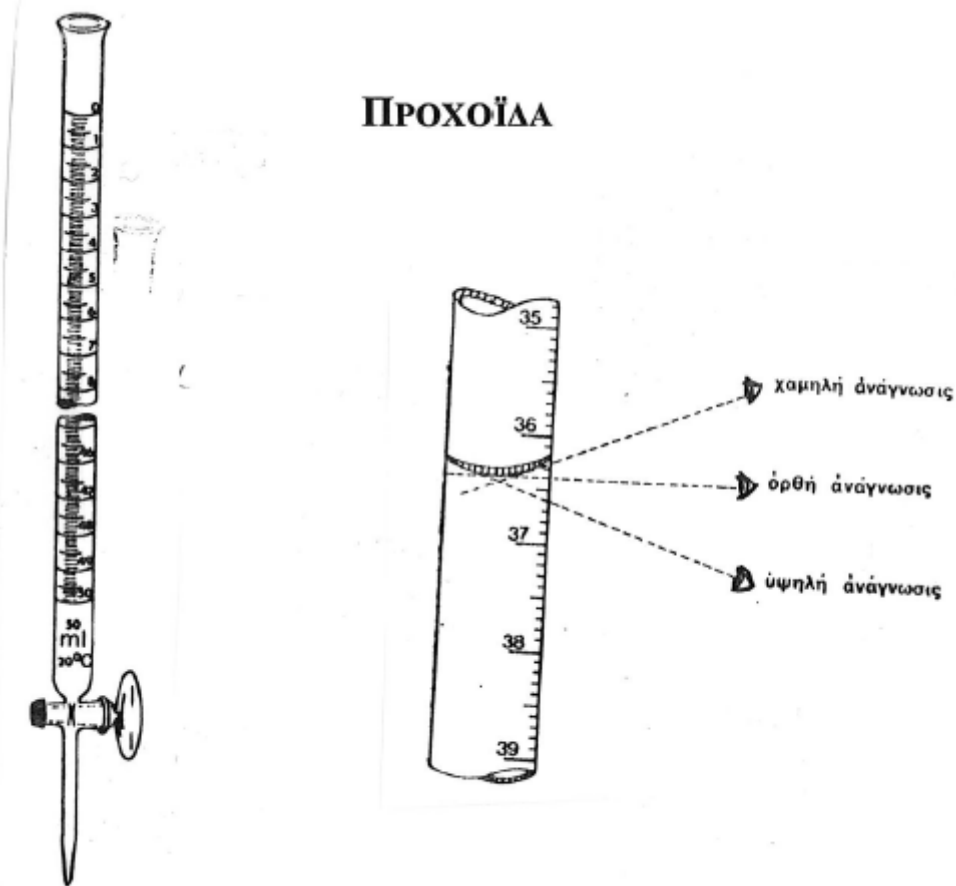
➤ μπορούμε να πάρουμε με μεγάλη ακρίβεια ένα και μόνο όγκο υγρού

ΣΙΦΩΝΙΑ (συν.)



- i. Η τελευταία έκπλυση γίνεται με μικρές ποσότητες (1 – 2 ml) του μεταφερόμενου διαλύματος 1 – 2 φορές, για να μη μείνουν σταγονίδια απιονισμένου H_2O και προκαλέσουν αραίωση του εν λόγω διαλύματος
- ii. Το σιφώνιο εμβαπτίζεται σε αρκετό βάθος κάτω από την επιφάνεια του υγρού, ώστε να μην υπάρχει κίνδυνος αναρρόφησης αέρα κατά την πλήρωσή του (χρήση τρίδρομου πουάρ)
- iii. Το υγρό αφήνεται να εκρεύσει αργά και το άκρο του σιφωνίου αφήνεται σε επαφή με το τοίχωμα του δοχείου επί 20 s περίπου μετά το άδειασμα
- iv. Η μικρή ποσότητα του υγρού, που παραμένει στο άκρο του σιφωνίου, δεν εκφυσάται γιατί έτσι είναι βαθμονομημένο το σιφώνιο

ΠΡΟΧΟΪΔΑ



Βαθμολογημένος σωλήνας των 50 ml με αριθμηση ανά 1 ml και υποδιαίρεσεις ανά 0,1 ml.

Βαθμονομημένη να παρέχει ακριβώς γνωστούς όγκους ενός διαλύματος, χρησιμοποιείται κυρίως στις ογκομετρήσεις.

- Στρόφιγγα γυάλινη → λίπανση
(προσοχή στα αλκαλικά διαλύματα)
 - Στρόφιγγα Teflon → όχι λίπανση
- i. Πλύσιμο καλό και έκπλυση με το διάλυμα
 - ii. Έλεγχος μηδενός
 - iii. Έλεγχος ύπαρξης φυσαλίδων αέρα στο στόμιο της προχοΐδας. Αν ναι, απότομη εκροή διαλύματος

ΠΡΟΧΟΪΔΑ (συν.)

⇒ Ανάγνωση προχοΐδας

- Ο μετρούμενος όγκος σε ml με *δύο δεκαδικά ψηφία* π.χ. 10,02 ml
(1 σταγόνα = 0,05 ml)
- Άνω μηνίσκος στα έγχρωμα διαλύματα και κάτω μηνίσκος στα άχρωμα
- Προσοχή στα σφάλματα μέτρησης λόγω παράλλαξης
- Τοποθέτηση λευκού χαρτιού πίσω από την προχοΐδα για την ανάγνωση και κάτω από την κωνική φιάλη για σωστή αλλαγή του χρώματος του διαλύματος

⇒ Χειρισμός προχοΐδας κατά την ογκομέτρηση

- Συνεχής ομαλή και ήπια ανάδευση με το ένα χέρι
- Ρύθμιση της ροής των σταγόνων με το άλλο

