

**ΦΡΟΝΤΙΣΤΗΡΙΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ 1**

**ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΟ ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ  
ΚΑΙ  
ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΟΞΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΣΕ ΞΙΔΙ**

**Έρη Μπιζάνη**

**Αθήνα, 2018**

## ΚΑΝΟΝΕΣ ΚΑΙ ΜΕΤΡΑ ΑΣΦΑΛΕΙΑΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ

Εργαστηριακή Μπλούζα

Γυαλιά Ασφαλείας

Διατήρηση του χώρου εργασίας καθαρού

Αραίωση πυκνών οξέων: προσθήκη του π. οξέος στο  $H_2O$  και όχι αντιστρόφως

Τρίδρομο πουάρ

Προσοχή στα γυάλινα σκεύη

### **ΤΗΡΗΣΗ ΗΜΕΡΟΛΟΓΙΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ**

*Υπόδειγμα γραφής ημερολογίου (Ογκομετρ. Ανάλ.): συμπεριλαμβάνεται στις σημειώσεις που είναι αναρτημένες στο e-class.*

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**

### **ΚΑΘΑΡΙΟΤΗΤΑ - ΤΑΞΗ**

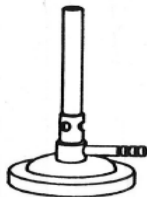
\* Δεν σπαταλάμε το απιονισμένο  $H_2O$

\*\* Κλειδώνουμε τη θέση μας πριν φύγουμε (λουκέτα)

## ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

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

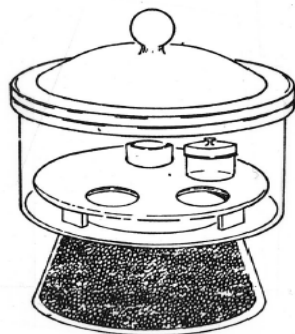
### 1. Λύχνος Bunsen



### 2. Υδροβολέας



### 3. Ξηραντήρας



### 4. Φιαλίδια ζύγισης και χειρισμός τους



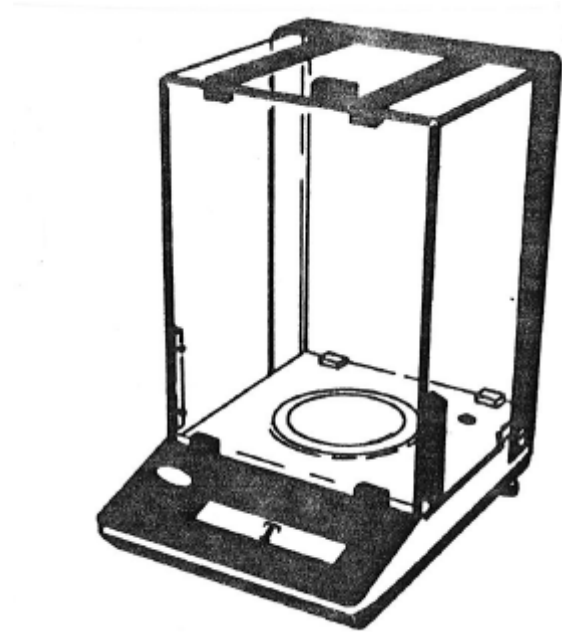
## ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΖΥΓΟΣ

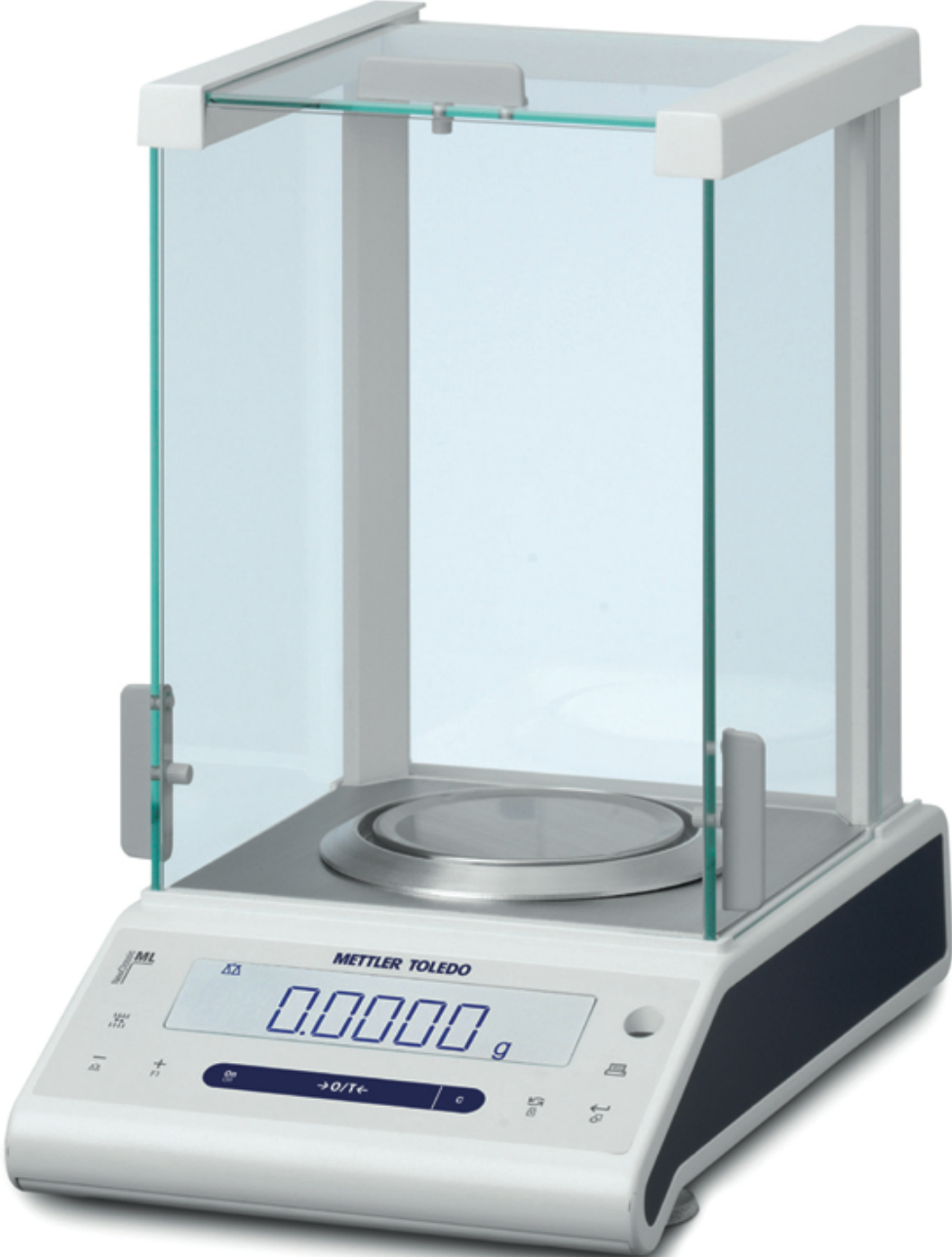
Είναι το βασικό και το ακριβέστερο όργανο ενός χημικού εργαστηρίου, που μετράει μάζα (g).

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)





## ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΑ ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ

### **Ακριβής μέτρηση όγκου:**

Ογκομετρικές Φιάλες

Σιφώνια

Προχοΐδα

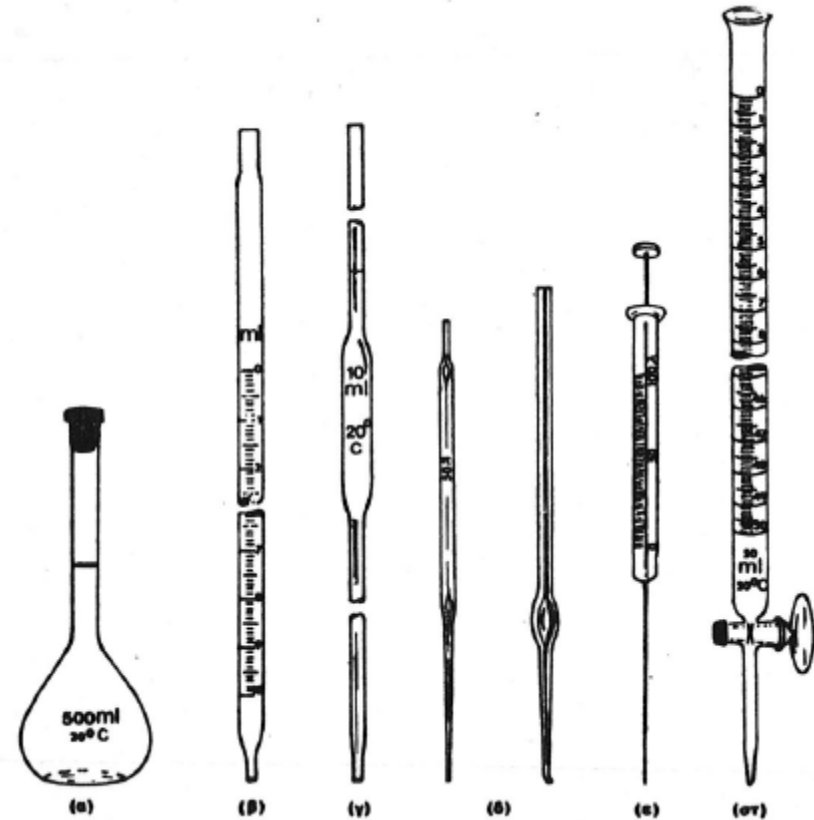
### **Μικρότερη ακρίβεια:** Ογκομετρικοί

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



# Ογκομετρικές Φιάλες



- **Ογκομετρικές Φιάλες**

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

- Δε χρησιμοποιούνται για τη λήψη ορισμένων όγκων διαλύματος

- Χρησιμοποιούνται για:

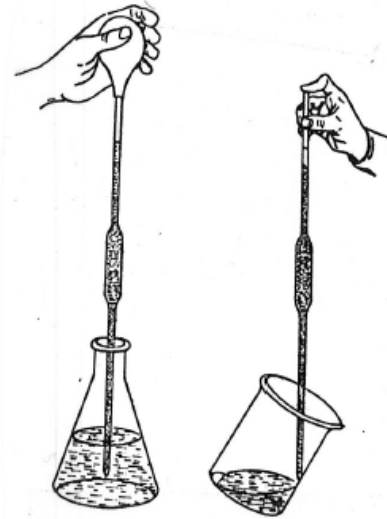
την παρασκευή προτύπων διαλυμάτων, με ζύγιση πρότυπης ουσίας, διάλυση αυτής και αραίωση του διαλύματος μέχρι ορισμένου όγκου (μέχρι τη χαραγή)

- Δεν είναι σκεύη φύλαξης διαλυμάτων (π.χ. αλκαλικά διαλύματα προσβάλλουν το γυαλί και τα εσφυρισμένα πώματα)

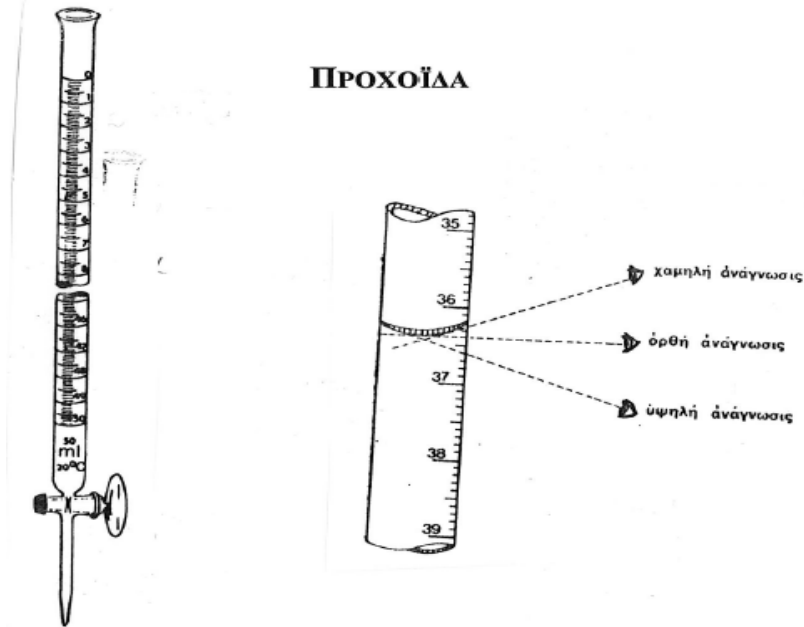
- Ανάμιξη καλή τουλάχιστον 30 φορές

*Τι κάνουμε όταν ξεπεράσουμε την χαραγή;*





1. Έκπλυση με μικρές ποσότητες (1 – 2 ml) 2 – 3 φορές, για να μη μείνουν σταγονίδια  $H_2O$  και προκαλέσουν αραίωση του διαλύματος
2. Το σιφώνιο εμβαπτίζεται σε αρκετό βάθος κάτω από την επιφάνεια του υγρού, ώστε να μην υπάρχει κίνδυνος αναρρόφησης αέρα κατά την πλήρωσή του
3. Το υγρό αφήνεται να εκρεύσει βραδέως και το άκρο του σιφωνίου αφήνεται σε επαφή με το τοίχωμα του δοχείου επί 20 s περίπου μετά το άδειασμα
4. Η μικρή ποσότητα του υγρού, που παραμένει στο άκρο του σιφωνίου, δεν εκφυσάται γιατί έτσι είναι βαθμονομημένο το σιφώνιο



### 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

Βαθμολογημένος σωλήνας των 50 mL με αρίθμηση ανά 1 mL και υποδιαίρέσεις ανά 0,1 mL.

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

Στρόφιγγα γυάλινη → λίπανση  
(προσοχή στα αλκαλικά διαλύματα)

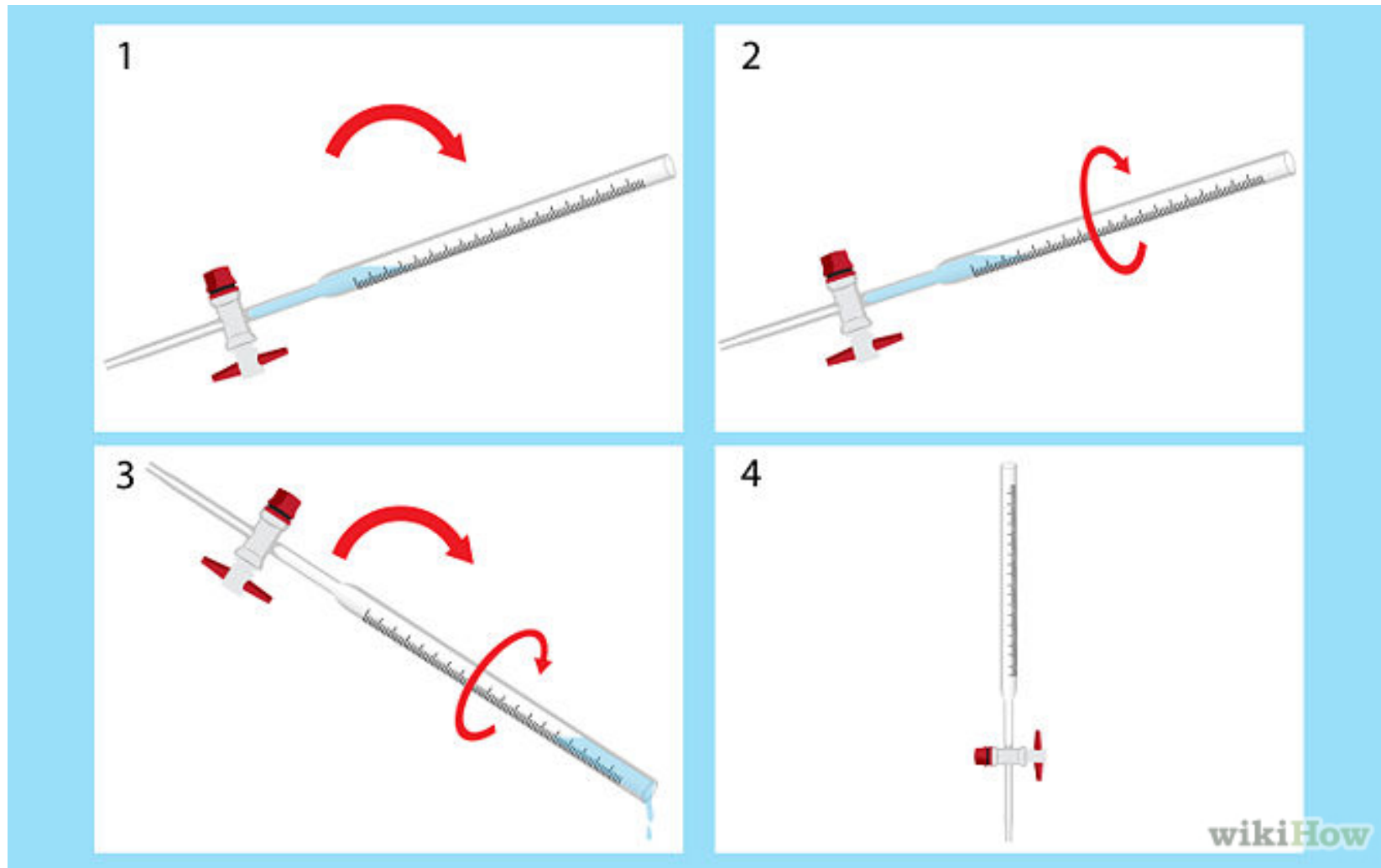
Στρόφιγγα Teflon → όχι λίπανση

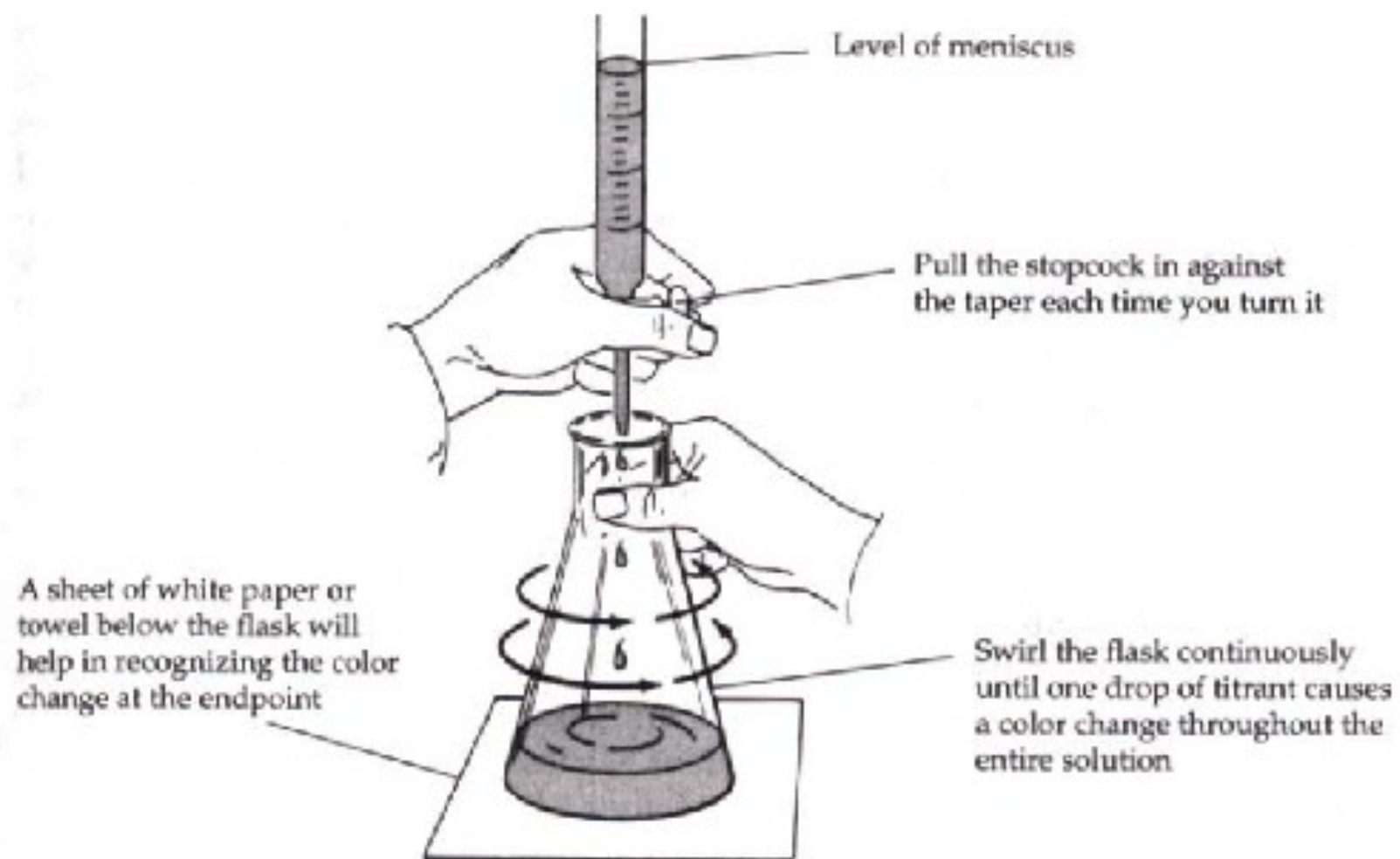
Πλύσιμο καλό και έκπλυση με το διάλυμα

Έλεγχος μηδενός

Έλεγχος ύπαρξης φυσαλλίδων αέρα στο στόμιο της προχοΐδας. Αν ναι, απότομη εκροή διαλύματος.

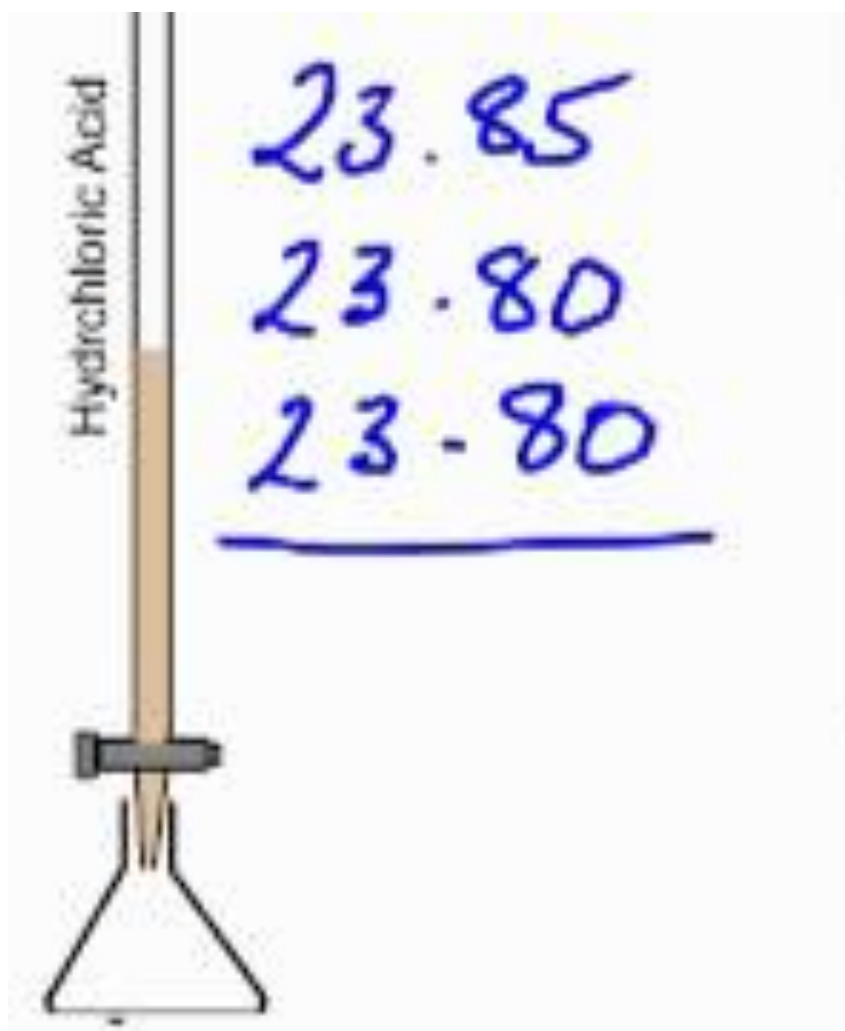
- Έκπλυση προχοΐδας με το πρότυπο διάλυμα





▲ FIGURE 20.2 Titration procedure.

- Εκτέλεση Ογκομετρήσεων  
καταγραφή όγκων



Run	Initial	Final	Titre
Rough	0.00	24.40	24.40
1	0.00	23.85	23.85
2	23.85	47.65	23.80
3	0.00	23.80	23.80
Average Titre (cm <sup>3</sup> )			

0.1 mol dm<sup>-3</sup> Hydrochloric Acid

Sodium Hydroxide

Methyl Orange

## ΚΛΑΣΙΚΗ ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

### ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

**Ογκομέτρηση:** διεργασία προσδιορισμού μιας ουσίας με μέτρηση της ποσότητας ενός κατάλληλου αντιδραστηρίου (τιτλοδότη, πρότυπου διαλύματος), που απαιτείται για ποσοτική αντίδραση με την ογκομετρούμενη ουσία

**Τιτλοδότης, πρότυπο διάλυμα:** διάλυμα κατάλληλου αντιδραστηρίου, που η συγκέντρωσή του είναι γνωστή με ακρίβεια

**Στην ογκομέτρηση** μετρούμε επακριβώς με *προχοΐδα* τον όγκο προτύπου διαλύματος, που καταναλώνεται για την αποπεράτωση της αντίδρασης ογκομέτρησης. Από τον *όγκο του πρότυπου διαλύματος*, που καταναλώνεται, τη *γνωστή με ακρίβεια συγκέντρωσή του* και το *ισοδύναμο βάρος της ουσίας που προσδιορίζεται*, υπολογίζεται η *ποσότητα της ογκομετρούμενης ουσίας στο ογκομετρούμενο διάλυμα*.

**Βασικός στόχος μιας ογκομέτρησης** είναι ο προσδιορισμός του όγκου πρότυπου διαλύματος, που είναι *χημικώς ισοδύναμος* με την ουσία που ογκομετρείται.

**Ισοδύναμο σημείο:** το σημείο της ογκομέτρησης όπου υπάρχει *χημική ισοδυναμία* πρότυπου διαλύματος και ογκομετρούμενης ουσίας

**Τελικό σημείο:** το πειραματικό σημείο στο οποίο σταματάμε την ογκομέτρηση

**Σφάλμα ογκομέτρησης:** η διαφορά του όγκου του πρότυπου διαλύματος που προστίθεται μέχρι το τελικό σημείο και του όγκου που απαιτείται μέχρι το ισοδύναμο σημείο

**Καθορισμός του τελικού σημείου μιας ογκομέτρησης με:**

α) την επικράτηση του χρώματος του πρότυπου διαλύματος

β) το σχηματισμό έγχρωμου ιζήματος

γ) τη βοήθεια δεικτών

δ) φυσικοχημικές μεθόδους (απορρόφηση, αγωγιμότητα, δυναμικό, ρεύμα, θερμοκρασία, κ.λπ.)

Για να είναι μια **χημική αντίδραση κατάλληλη για ογκομετρική ανάλυση**, θα πρέπει να πληροί τους παρακάτω όρους:

- Στοιχειομετρική
- Ποσοτική
- Ταχεία
- Ύπαρξη τρόπου καθορισμού του τελικού σημείου

## ΤΑΞΙΝΟΜΗΣΗ ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΩΝ ΜΕΘΟΔΩΝ

### *Με βάση τον τύπο της χημικής αντίδρασης*

- α) Ογκομετρήσεις Εξουδετέρωσης (Οξυμετρία-Αλκαλιμετρία)
- β) Οξειδοαναγωγικές Ογκομετρήσεις ( $C_2O_4^{2-}$  -  $MnO_4^-$ , Vit C -  $KIO_3$ )
- γ) Ογκομετρήσεις Καθίζησης ( $Cl^-$ )
- δ) Συμπλοκομετρικές Ογκομετρήσεις (σκληρότητα νερού)

### *Με βάση τον τύπο της διαδικασίας της ογκομέτρησης*

- α) Άμεσες
- β) Έμμεσες
- γ) Αντίστροφες
- δ) Αντικατάστασης

### *Με βάση τον καθορισμό του τελικού σημείου*

- α) Κλασικές (δείκτες)
- β) Ενόργανες (φυσικοχημικές μέθοδοι)



**Με βάση την ποσότητα της ογκομετρούμενης ουσίας**

- α) μακρο- ογκομετρήσεις
- β) ημιμικρο-
- γ) μικρο-
- δ) υπερμικρο-

**Με βάση το βαθμό αυτοματοποίησης**

- α) με το χέρι
- β) ημιαυτόματες
- γ) αυτόματες

**Με βάση τη φύση του διαλύτη**

- α) σε υδατικούς διαλύτες
- β) σε μη υδατικούς διαλύτες

**ΠΡΩΤΟΓΕΝΗ – ΔΕΥΤΕΡΟΓΕΝΗ ΠΡΟΤΥΠΑ ΔΙΑΛΥΜΑΤΑ**

**Πρωτογενή πρότυπα διαλύματα** είναι αυτά που η **ακριβής συγκέντρωσή τους** υπολογίζεται από τη **μάζα** της διαλυμένης ουσίας και τον **όγκο** του διαλύματος (π.χ. ΚΗΡ)

**Δευτερογενή πρότυπα διαλύματα** είναι εκείνα που η ακριβής συγκέντρωσή τους δεν υπολογίζεται όπως αυτή των πρωτογενών, αλλά βρίσκεται με **τιτλοδότηση** δηλ. ογκομέτρηση πρωτογενούς πρότυπης ουσίας με αυτά (π.χ. NaOH)

## ΠΟΡΕΙΑ ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

- 1. Παρασκευή πρότυπου διαλύματος:** με ζύγιση και αραίωση σε ακριβή όγκο ή με αραίωση πυκνού πρότυπου διαλύματος
- 2. Τιτλοδότηση:** (με ακρίβεια 0,1%). Αν το τυχαίο σφάλμα κάθε ζύγισης θεωρηθεί  $\pm 0,1$  mg, απαιτούνται τουλάχιστον 0,2000 g πρότυπης ουσίας ώστε το σχετικό σφάλμα λόγω ζύγισης να μην υπερβεί το 0,1 % =  $(2 \times 0,1 \text{ mg} / 200,0 \text{ mg}) \times 100$ . Γι' αυτό προτιμώνται πρωτογενείς πρότυπες ουσίες με μεγάλο ισοδύναμο βάρος. Ο όγκος του πρότυπου διαλύματος κατά την τιτλοδότηση να είναι 35-45 ml, ώστε το σφάλμα της ανάγνωσης της προχοΐδας μαζί με το τυχόν σφάλμα που οφείλεται στη διαφορετική ταχύτητα εκκένωσης και ανάγνωσης της προχοΐδας να είναι μικρότερο του 0,1 %. Η τιτλοδότηση πρέπει να εκτελείται τουλάχιστον τρεις φορές και το σχετικό εύρος των τιμών να είναι μικρότερο του 0,2 %.

### 3. Παρασκευή δείγματος

#### *Δειγματοληψία*

**Ζύγιση:** Είτε ζυγίζονται **χωριστά δείγματα** για κάθε ογκομέτρηση είτε λαμβάνεται **μεγαλύτερο δείγμα** και μετά τη διαλυτοποίηση αραιώνεται μέχρις ακριβώς καθορισμένο όγκο, οπότε για κάθε ογκομέτρηση χρησιμοποιείται κλάσμα του διαλύματος αυτού. Για τη ζύγιση χωριστών δειγμάτων απαιτείται περισσότερος χρόνος και το σχετικό σφάλμα ζύγισης είναι μεγαλύτερο, όμως τυχόν σφάλμα κατά τη ζύγισή του επηρεάζει μόνο εκείνο το δείγμα, ενώ αποφεύγεται και η προκατάληψη κατά τον καθορισμό του τελικού σημείου.

#### *Διαλυτοποίηση*

**4. Ογκομέτρηση του δείγματος:** Τουλάχιστον τρεις φορές και αν είναι δυνατόν με διαφορετική ποσότητα δείγματος κάθε φορά, ώστε να μην υπάρχει προκατάληψη στον καθορισμό του τελικού σημείου. **Η τιτλοδότηση και η ογκομέτρηση πρέπει να γίνονται κάτω από τις ίδιες συνθήκες**, ώστε τυχόν συστηματικά σφάλματα να εξουδετερώνονται πρακτικά.

## 5. Υπολογισμός και έκφραση των αποτελεσμάτων

### Τιτλοδότηση

meq (τιτλοδοτή) = meq (πρωτογενούς προτύπου)

$$N \left( \frac{\text{meq}}{\text{ml}} \right) \times V(\text{ml}) = \frac{m(\text{mg})}{\text{eqw} \left( \frac{\text{mg}}{\text{meq}} \right)} \Rightarrow N = \dots$$

$$\bar{N} = \frac{N_1 + N_2 + N_3}{3}$$

$$s_N = \sqrt{\frac{\Sigma(N_i - \bar{N})^2}{n - 1}}$$

$$\text{Εύρος } R = N_{\max} - N_{\min} \Rightarrow \% R = \frac{N_{\max} - N_{\min}}{\bar{N}} \times 100$$

$$\mu(N) = \bar{N} \pm \frac{t_{\alpha/2}}{\sqrt{n}} \quad \text{για στάθμη εμπιστοσύνης 95 \%}$$

$$\mu(N) = \bar{N} \pm \frac{4.303 \times s}{\sqrt{3}} \quad \text{για 3 τιτλοδοτήσεις}$$

$$\mu(N) = \bar{N} \pm 6.35 \times R \quad \text{για 2 τιτλοδοτήσεις}$$

## Ογκομέτρηση

meq (τιτλοδότη) = meq (αγνώστου)

$$\bar{N} \times V = \frac{m_{\text{δείγμα}}(g) \times 1000 \left( \frac{mg}{g} \right) \times \% \text{ Περιεκτικότητα}}{eqw \left( \frac{mg}{meq} \right)}$$

$$\% \text{ Περιεκτικότητα} = \frac{\bar{N} \times V \times eqw}{m_{\text{δείγμα}}(g) \times 1000}$$

Οπότε:

$$\overline{(\%)} = \frac{(\%)_1 + (\%)_2 + (\%)_3}{3}$$

Επίσης, όπως και στην κανονικότητα, υπολογίζονται και οι τιμές των:  
 $s_{\%}$ , R, %R και  $\mu(\%)$

## ΟΓΚΟΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΕΞΟΥΔΕΤΕΡΩΣΗΣ



Με την **Οξυμετρία** (πρότυπο διάλυμα οξέος) προσδιορίζονται ογκομετρικά οι βάσεις

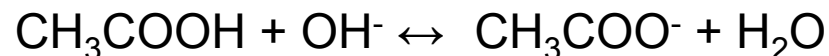
Με την **Αλκαλιμετρία** (πρότυπο διάλυμα βάσης), τα οξέα

**Περιοχή pH αλλαγής του δείκτη** (2 μονάδες pH) δηλ. μια μονάδα εκατέρωθεν του pK<sub>a</sub> του δείκτη

## ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΟΞΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΣΕ ΞΙΔΙ

### Αρχή Μεθόδου

Τα οξέα που περιέχονται στο ξίδι προσδιορίζονται με ογκομέτρηση με πρότυπο διάλυμα NaOH, παρουσία δείκτη Φαινολοφθαλεΐνης.



**Ογκομέτρηση:** με πρότυπη βάση (αλκαλιμετρία)

1. KOH: υψηλό κόστος
2. Ba(OH)<sub>2</sub>: δυσδιάλυτα άλατα με πολλά ανιόντα
3. NaOH: χαμηλού κόστους, αλλά α) προσροφά CO<sub>2</sub> → Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> και β) προσβάλλει το γυαλί (φυλάσσεται σε πλαστικές φιάλες, καλό πλύσιμο στα γυάλινα σκεύη μετά τη χρήση του)



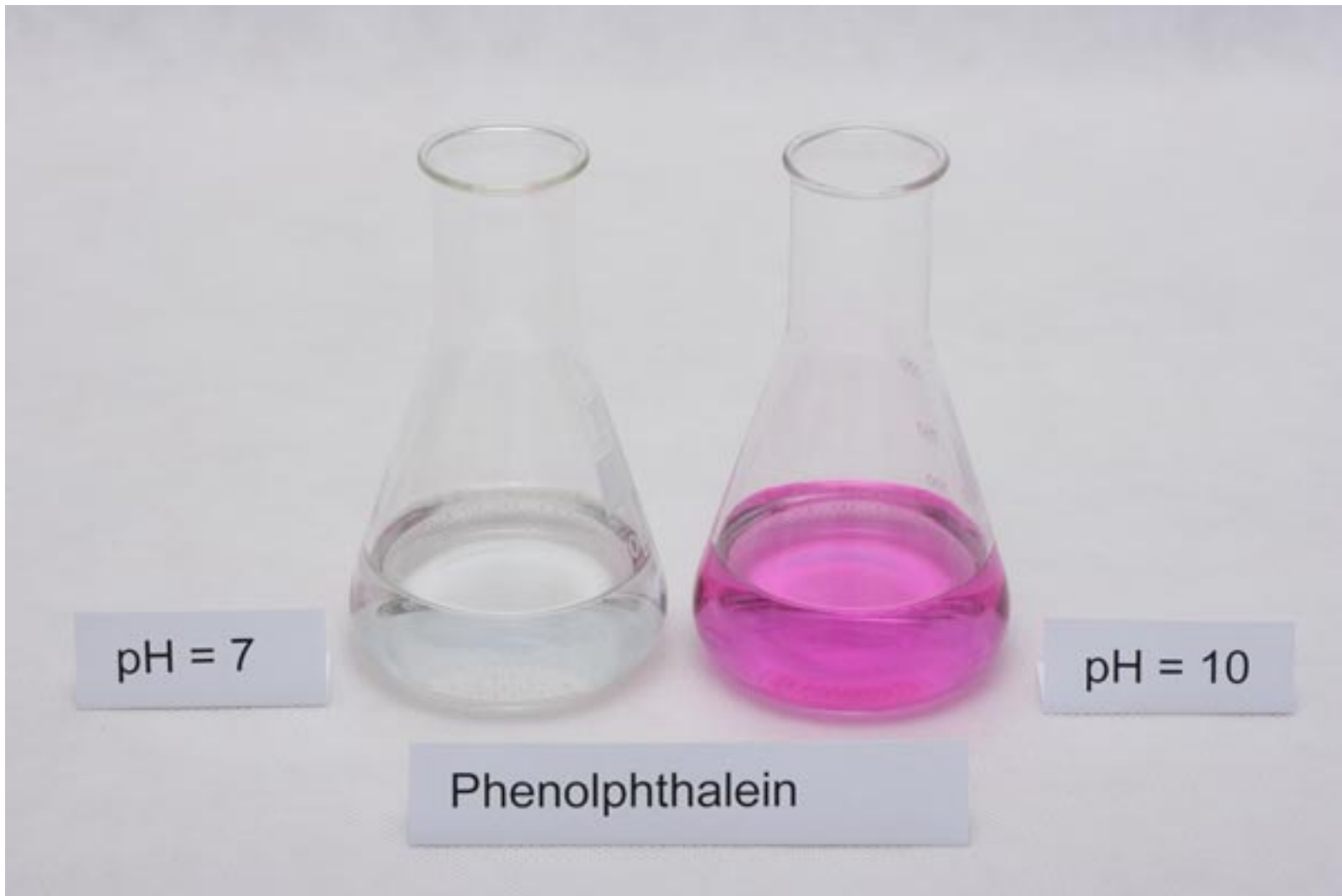
Deborah Spurlock



Deborah Spurlock



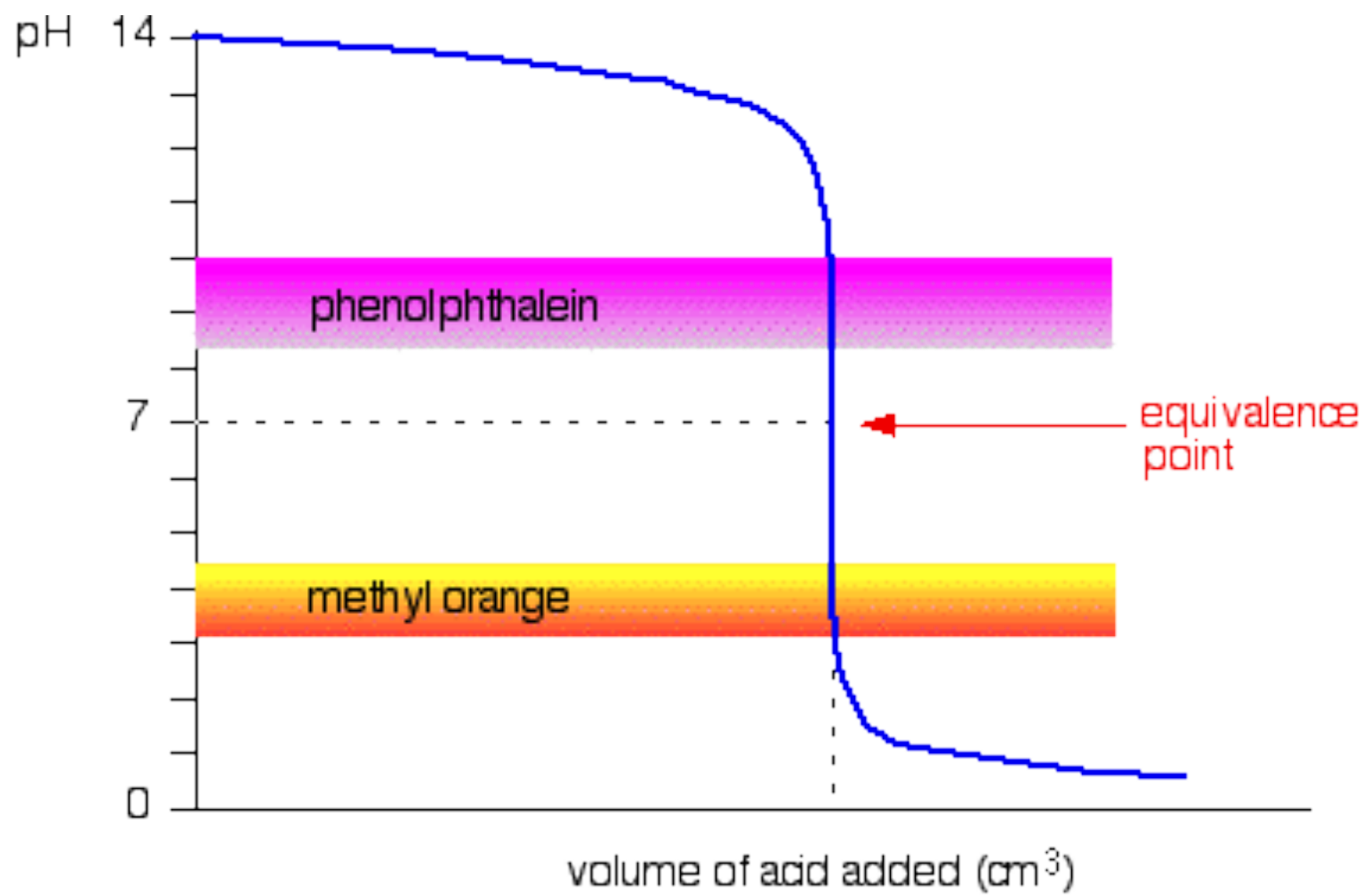


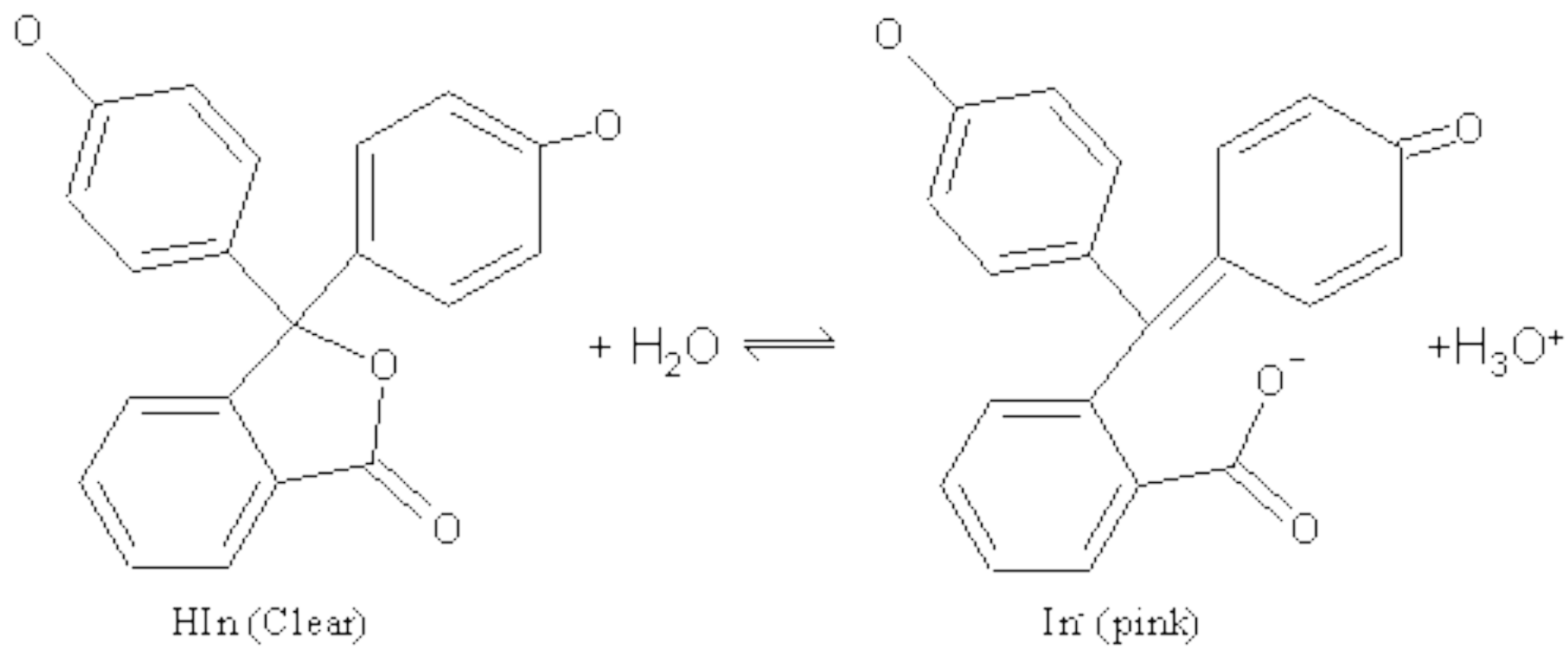


pH = 7

Phenolphthalein

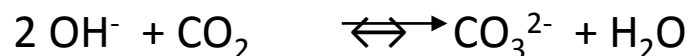
pH = 10





## Αντιδραστήρια

1. NaOH: **δεν είναι δυνατή η παρασκευή πρωτογενούς διαλύματος NaOH**, γιατί το στερεό NaOH είναι πολύ υγροσκοπικό και προσλαμβάνει εύκολα CO<sub>2</sub> από την ατμόσφαιρα



2. Το KHP: πρωτογενής πρότυπη ουσία (έχει ξηρανθεί στους 105 °C, **Παρατ. 1** και φυλάσσεται σε **ξηραντήρα**).

Θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί, επίσης, α) HCl ή β) σουλφαμικό οξύ αλλά προτιμάται το KHP διότι α) έχει μεγάλο MB και β) δεν είναι υγροσκοπικό.

Φαινολοφθαλεΐνη (0,5 % σε αιθυλική αλκοόλη 50 %): δείκτης

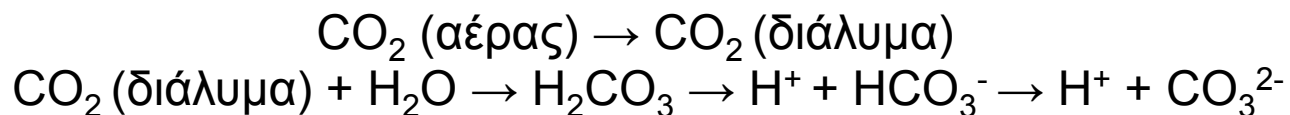
**ΠΡΟΣΟΧΗ!** Τους δείκτες στην Ποσοτική Ανάλυση τους βρίσκουμε στα ραφάκια πάνω από τους νεροχύτες και όχι στα ξύλινα πλαίσια των αντιδραστηρίων της Ποιοτικής Ανάλυσης!!!

## Παρασκευή Διαλυμάτων

**Διάλυμα NaOH 0,1 N:** Για την παρασκευή διαλύματος NaOH, απαλλαγμένου από ανθρακικά ιόντα, ο απλούστερος τρόπος είναι να παρασκευαστεί **κορεσμένο διάλυμα NaOH** (50 % κ.β.=18 N), στο οποίο το  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  είναι πρακτικά αδιάλυτο και στη συνέχεια λαμβάνεται η απαιτούμενη ποσότητα από το υπερκείμενο διαυγές διάλυμα και αραιώνεται περίπου στον επιθυμητό όγκο, δηλ., **3,0 – 3,5 ml** (με μικρό κύλινδρο) **NaOH** (50 % κ.β.=18 N) και αραιώση (σε **ογκομετρική φιάλη**) περίπου (**Παρατήρ. 2**) στα 500 ml με απιονισμένο νερό (**βρασμένο και ψηγμένο, Παρατήρ. 3**), πολύ καλή ανάδευση με επανειλημμένη αναστροφή, γιατί είναι παχύρρευστο (**Παρατήρ. 4**), για παραλαβή ομογενούς διαλύματος, που στη συνέχεια μεταφέρεται σε καθαρή πλαστική φιάλη (**Παρατήρ. 5**).

## Τιτλοδότηση NaOH

Ζυγίζονται, με ακρίβεια  $\pm 0,0001\text{g}$ , από φιαλίδιο ζύγισης **εκ διαφοράς** για να αρθούν τα συστηματικά σφάλματα ζύγισης, (με καθαρή σπάτουλα) **0,7-0,9 g** πρότυπου ΚΗΡ **διαδοχικά** σε τρεις κωνικές φιάλες (αριθμημένες). Σε κάθε κωνική φιάλη προστίθενται **50 ml** (βρασμένου) νερού, 3 σταγόνες δείκτη και το διάλυμα ογκομετρείται με το προς τιτλοδότηση διάλυμα NaOH (προχοΐδα) υπό συνεχή περιστροφική ανάδευση μέχρι εμφάνισης μόνιμης (15-20 s) ελαφρά ρόδινης χροιάς. Το ρόδινο χρώμα εξαφανίζεται με την πάροδο του χρόνου λόγω απορρόφησης  $\text{CO}_2$  από την ατμόσφαιρα:



Η προχοΐδα καλύπτεται με μικρό χάρτινο ανάστροφο κώνο για αποφυγή αντίδρασης του NaOH με το  $\text{CO}_2$ . Επίσης, διάλυμα NaOH που έχει παραμείνει στην προχοΐδα περισσότερο από 1 ώρα απορρίπτεται.

Η κανονικότητα του διαλύματος NaOH υπολογίζεται από τη σχέση:

Η κανονικότητα του διαλύματος NaOH υπολογίζεται από τη σχέση:

$$N \left( \frac{\text{meq}}{\text{ml}} \right) = \frac{m(\text{mg}) \text{ πρωτογενούς προτύπου KHP}}{204,23 \text{ mg KHP/meq}} \times V (\text{ml})_{\text{NaOH}}$$

Επαναλαμβάνεται η διαδικασία της τιτλοδότησης και για τις άλλες 2 κωνικές φιάλες και λαμβάνεται ο μέσος όρος των τριών μετρήσεων και τα απαιτούμενα στατιστικά (άριστο % R<0,2 %, αποδεκτό % R<1,5 %).

$$N1, N2, N3, \% R, s \quad \mu(N) = \bar{N} \pm \frac{4.303 \times s}{\sqrt{3}}$$

### **Ογκομέτρηση Αγνώστου Δείγματος Ξιδιού**

1. Λαμβάνονται από το παρασκευαστήριο σε ογκομετρική φιάλη 250ml 15,00 ml δείγματος ξιδιού (άγνωστο)
2. Αραίωση μέχρι τη χαραγή **(ΑΚΡΙΒΩΣ)** με H<sub>2</sub>O (διάλυμα A)
3. Ανακίνηση της φιάλης (τέλεια ανάμειξη)

**ΔΕΝ ΠΕΤΑΜΕ ΤΟ NaOH ΠΟΥ ΦΤΙΑΞΑΜΕ**

### **ΟΓΚΟΜΕΤΡΗΣΗ**

Στην κωνική φιάλη :50,00 ml δ/τος A (**ΜΕ ΣΙΦΩΝΙΟ**) + 3 σταγόνες φαινολοφθαλείνης + προσθήκη NaOH από την προχοΐδα τελικό σημείο ελαφρά ρόδινο.

(Οι 3 όγκοι σχεδόν ίδιοι)

$$citric \text{ (mg / mL)} = \frac{V_{(mL, NaOH)} \times N_{(meq / mL)} \times IB_{(mg / meq) citric}}{50mL}$$

Επαναλαμβάνεται η ίδια διαδικασία και για τα άλλα δυο δείγματα. Λαμβάνεται ο μέσος όρος των τριών μετρήσεων και υπολογίζονται τα συνήθη στατιστικά.

$(mg/mL)_1, (mg/mL)_2, (mg/mL)_3$  (μέσος όρος),  $s$

$\%R < 1,5 s$

$$\mu(mg / mL) = \bar{x}(mg / mL) \pm \frac{4,303 \times S}{\sqrt{3}}$$



Ι.Σ. αρ meq CH<sub>3</sub>COOH= αρ meq NaOH

$m(\text{mg}) \text{ CH}_3\text{COOH} / IB(\text{mg/meq}) \text{ CH}_3\text{COOH} = N(\text{meq/ml}) \text{ NaOH} \times V(\text{ml}) \text{ NaOH}$

$m(\text{mg}) \text{ CH}_3\text{COOH} = N(\text{meq/ml}) \text{ NaOH} \times V(\text{ml}) \text{ NaOH} \times IB(\text{mg/meq}) \text{ CH}_3\text{COOH}$

$m(\text{mg}) \text{ CH}_3\text{COOH}$  στα 50,00 ml διαλύματος Α

$(N \times V(\text{ml}) \text{ NaOH} \times IB \text{ CH}_3\text{COOH} \times 10^{-3} \text{ g/mg}) \text{ g CH}_3\text{COOH}$  στα 50,00 ml  
διαλύματος Α

$(N \times V(\text{ml}) \text{ NaOH} \times IB \text{ CH}_3\text{COOH} \times 10^{-3} \times (250,00/50,00)) \text{ g CH}_3\text{COOH}$   
στα 250,00 ml διαλύματος Α

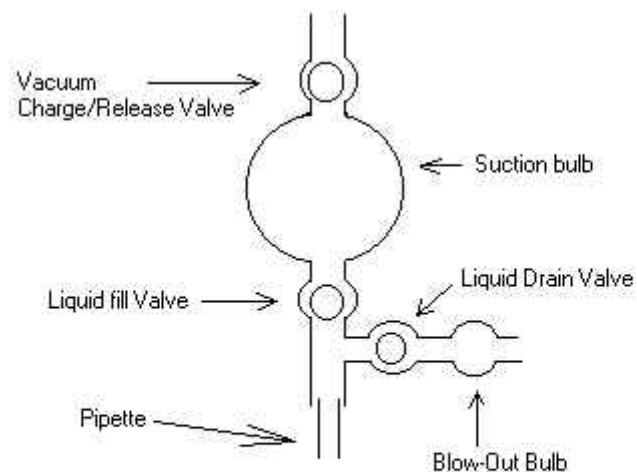
Και επομένως στα 15,00 ml ξιδιού (άγνωστο)

$N \times V(\text{ml}) \text{ NaOH} \times (60,05/1) \times 10^{-3} \times (250,00/50,00) \times (100,00/15,00)$   
 $= \text{g CH}_3\text{COOH} / 100,00 \text{ ml ξιδιού}$

## USE OF SAFETY PIPETTE FILLER

In this part of the module, the use of safety pipette filler (Propipette) will be demonstrated.

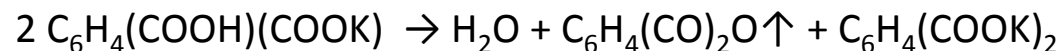
When at the Pipette station in the SLC, perform the steps as they are described using any of the pipettes A - D to transfer a specified amount of colored water into the waste container. If you use a measuring pipette, you are free to choose the amount of liquid to be transferred.





## ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΕΙΣ

1. Η ξήρανση του όξινου φθαλικού καλίου πρέπει να γίνεται σε θερμοκρασία μικρότερη από 125 °C διότι σε μεγαλύτερες θερμοκρασίες το όξινο φθαλικό κάλιο μετατρέπεται σε φθαλικό ανυδρίτη που εξαχνώνεται και σε φθαλικό κάλιο που παραμένει ως πρόσμιξη, σύμφωνα με την αντίδραση:



2. Δεν απαιτείται ακρίβεια κατά την αραίωση του διαλύματος του NaOH διότι αυτό στη συνέχεια θα τιτλοδοτηθεί.
3. Ο βρασμός του νερού, που αποσκοπεί στην απομάκρυνση του CO<sub>2</sub>, γίνεται σε κωνική φιάλη του 1 L, στην οποία προστίθενται περίπου 900 mL απιοντισμένου νερού. Ο βρασμός γίνεται ήπια για 5 λεπτά και στη συνέχεια, αφού καλυφθεί η κωνική με ανεστραμμένο ποτήρι, ψύχεται το νερό σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Η ψύξη του νερού είναι απαραίτητη πριν από τη χρήση του για την παρασκευή του διαλύματος του NaOH καθότι θερμά διαλύματα βάσεων απορροφούν CO<sub>2</sub> σε μεγάλο βαθμό.
4. Κατά τη διάρκεια της ανακίνησης απομακρύνεται κατά διαστήματα και επανατοποθετείται το πώμα της φιάλης για να αποφευχθεί η περίπτωση του εγκλεισμού κορεσμένου διαλύματος NaOH μεταξύ του πώματος και του στομίου της φιάλης. Έτσι, επιβεβαιώνεται η παρασκευή ομογενούς διαλύματος.
5. Το διάλυμα NaOH διατηρείται σε φιάλες από πολυαιθυλένιο και όχι γυάλινες διότι το NaOH προσβάλλει το γυαλί σχηματίζοντας πυριτικό νάτριο. Οι φιάλες αυτές πρέπει να πωματίζονται καλά και να ανοίγονται μόνο κατά τη μεταφορά διαλύματος.