



ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΑΝΟΡΓΑΝΗΣ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

Γεωργίου Θεοδ. Κοτολιά

ΔΙΕΥΘΥΝΤΗ Ι.Ε.Κ. ΣΙΒΙΤΑΝΙΔΕΙΟΥ ΣΧΟΛΗΣ





ΧΡΥΣΟΥΝ ΜΕΤΑΛΛΙΟΝ
ΑΚΑΔΗΜΙΑΣ ΑΘΗΝΩΝ

ΙΔΡΥΜΑ ΕΥΓΕΝΙΔΟΥ

ΧΡΥΣΟΥΝ ΜΕΤΑΛΛΙΟΝ ΑΚΑΔΗΜΙΑΣ ΑΘΗΝΩΝ

Α΄ ΕΚΔΟΣΗ 1984

Β΄ ΕΚΔΟΣΗ 1987

Γ΄ ΕΚΔΟΣΗ 2007

ΠΡΟΛΟΓΟΣ ΙΔΡΥΜΑΤΟΣ ΕΥΓΕΝΙΔΟΥ

Ο Ευγένιος Ευγενίδης, ο ιδρυτής και χορηγός του «Ιδρύματος Ευγενίδου», πολύ νωρίς προέβλεψε και σχημάτισε την πεποίθηση ότι η άρτια κατάρτιση των τεχνικών μας, σε συνδυασμό με την εθνική αγωγή, θα ήταν αναγκαίος και αποφασιστικός παράγοντας της προόδου του Έθνους μας.

Την πεποίθησή του αυτή ο Ευγενίδης εκδήλωσε με τη γενναιοφρόνα πράξη ευεργεσίας, να κληροδοτήσει σεβαστό ποσό για τη σύσταση Ιδρύματος, που θα είχε ως σκοπό να συμβάλλει στην τεχνική εκπαίδευση των νέων της Ελλάδας.

Έτσι, το Φεβρουάριο του 1956 συστήθηκε το «Ίδρυμα Ευγενίδου», του οποίου τη διοίκηση ανέλαβε η αδελφή του Μαριάνθη Σίμου, σύμφωνα με την επιθυμία του διαθέτη. Από το 1981 μέχρι το 2000 το έργο του Ιδρύματος συνέχισε ο Νικόλαος Βερνίκος - Ευγενίδης, τον οποίο διαδέχθηκε ο κ. Λεωνίδας Δημητριάδης-Ευγενίδης.

Από το 1956 έως σήμερα η συμβολή του Ιδρύματος στην τεχνική εκπαίδευση πραγματοποιείται με διάφορες δραστηριότητες. Όμως απ' αυτές η σημαντικότερη, που κρίθηκε από την αρχή ως πρώτης ανάγκης, είναι η έκδοση βιβλίων για τους μαθητές των Τεχνικών Σχολών.

Μέχρι σήμερα εκδόθηκαν 451 διδακτικά εγχειρίδια, που έχουν διατεθεί σε πολλά εκατομμύρια τόμους. Τα βιβλία αυτά κάλυπταν ή καλύπτουν τις ανάγκες των Κατωτέρων και Μέσων Τεχνικών Σχολών του Υπ. Παιδείας, των Σχολών του Οργανισμού Απασχολήσεως Εργατικού Δυναμικού (ΟΑΕΔ), των Τεχνικών και Επαγγελματικών Λυκείων, των Τεχνικών Επαγγελματικών Σχολών, των Δημοσίων Σχολών Εμπορικού Ναυτικού και των Ναυτικών Ακαδημιών.

Μοναδική φροντίδα του Ιδρύματος σ' αυτήν την εκδοτική του προσπάθεια ήταν και είναι η ποιότητα των βιβλίων, από άποψη όχι μόνον επιστημονική, παιδαγωγική και γλωσσική, αλλά και από άποψη εμφάνισης, ώστε το βιβλίο να αγαπηθεί από τους νέους.

Για την επιστημονική και παιδαγωγική ποιότητα των βιβλίων, τα κείμενα υποβάλλονται σε πολλές επεξεργασίες και βελτιώνονται πριν από κάθε νέα έκδοση.

Ιδιαίτερη σημασία απέδωσε το Ίδρυμα από την αρχή στην ποιότητα των βιβλίων από γλωσσική άποψη, γιατί πιστεύει ότι και τα τεχνικά βιβλία, όταν είναι γραμμένα σε γλώσσα άρτια και ομοιόμορφη, αλλά και κατάλληλη για τη στάθμη των μαθητών, μπορούν να συμβάλλουν στην γλωσσική διαπαιδαγώγηση των μαθητών.

Έτσι, με απόφαση που πάρθηκε ήδη από το 1956, όλα τα βιβλία της Βιβλιοθήκης του Τεχνίτη, δηλαδή τα βιβλία για τις τότε Κατώτερες Τεχνικές Σχολές, όπως αργότερα και για τις Σχολές του ΟΑΕΔ, είναι γραμμένα σε γλώσσα δημοτική, με βάση τη γραμματική του Τριανταφυλλίδη, ενώ όλα τα άλλα βιβλία είναι γραμμένα στην απλή καθαρεύουσα. Η γλωσσική επεξεργασία των βιβλίων γίνεται από φιλόλογους του Ιδρύματος και έτσι εξασφαλίζεται η ενιαία σύνταξη και ορολογία κάθε κατηγορίας βιβλίων.

Η ποιότητα του χαρτιού, το είδος των τυπογραφικών στοιχείων, τα σωστά σχήματα, η καλαίσθητη σελιδοποίηση, το εξώφυλλο και το μέγεθος του βιβλίου, περιλαμβάνονται και αυτά στις φροντίδες του Ιδρύματος.

Το Ίδρυμα θεώρησε ότι είναι υποχρέωσή του, σύμφωνα με το πνεύμα του ιδρυτή του, να θέσει στη διάθεση του Κράτους όλη αυτή την πείρα του των 50 ετών, αναλαμβάνοντας την έκδοση των βιβλίων και για τις νέες Τεχνικές και Επαγγελματικές Σχολές και τα νέα Τεχνικά και Επαγγελματικά Λύκεια, σύμφωνα με τα Αναλυτικά Προγράμματα του Π. Ι. και του ΥΠΕΠΘ.

ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΕΚΔΟΣΕΩΝ ΙΔΡΥΜΑΤΟΣ ΕΥΓΕΝΙΔΟΥ

Αλέξανδρος Σταυρόπουλος, ομ. καθηγητής Πανεπιστημίου Πειραιώς, Πρόεδρος.

Ιωάννης Τεγόπουλος, ομ. καθηγητής ΕΜΠ.

Ιωάννης Τζαβάρας, Αντιναύαρχος Λ.Σ. εν αποστρατεία (ε.α.).

Παύλος Νταβαρίνος, Δ/ντής Σπ. Δευτ. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ.

Σύμβουλος επί των εκδόσεων του Ιδρύματος **Κων. Αγγ. Μανάφης**, ομ. καθηγ. Φιλοσοφικής Σχολής Πανεπιστημίου Αθηνών.

Γραμματέας της Επιτροπής, **Γεώργιος Ανδρεάκος**.

Διατελέσαντα μέλη ή σύμβουλοι της Επιτροπής

Γεώργιος Κακριδής (1955-1959) Καθηγητής ΕΜΠ, Άγγελος Καλογεράς (1957-1970) Καθηγητής ΕΜΠ, Δημήτριος Νιάνιας (1957-1965) Καθηγητής ΕΜΠ, Μιχαήλ Σπετσιέρης (1956-1959), Νικόλαος Βασιώτης (1960-1967), Θεόδωρος Κουζέλης (1968-1976) Μηχ. Ηλ. ΕΜΠ, Παναγιώτης Χατζηιωάννου (1977-1982) Μηχ. Ηλ. ΕΜΠ, Αλέξανδρος Ι. Παππάς (1955-1983) Καθηγητής ΕΜΠ, Χρυσόστομος Καβουνίδης (1955-1984) Μηχ. Ηλ. ΕΜΠ, Γεώργιος Ρούσσος (1970-1987) Χημ.-Μηχ. ΕΜΠ, Δρ. Θεοδόσιος Παπαθεοδοσίου (1982-1984) Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Ιγνάτιος Χατζηευστρατίου (1985-1988) Μηχανολόγος, Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Γεώργιος Σταματίου (1988-1990) Ηλεκτρολόγος ΕΜΠ, Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Σωτ. Γκλαβάς (1989-1993) Φιλολόγος, Δ/ντής Σπουδών Δευτεροβάθμιας Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Εμ. Τρανούδης (1993-1996) Δ/ντής Σπ. Δευτ. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Χρήστος Σιγάλας Δ/ντής Σπ. Δευτ. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Γεώργιος Λαρισαίος Δ/ντής Σπ. Δευτ. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Ιωάννης Προβής Δ/ντής Σπ. Δευτ. Εκπαιδεύσεως ΥΠΕΠΘ, Μιχαήλ Αγγελόπουλος ομ. καθηγητής ΕΜΠ.

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΑΝΟΡΓΑΝΗΣ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΓΕΩΡΓΙΟΥ ΘΕΟΔ. ΚΟΤΟΝΙΑ

**ΔΙΕΥΘΥΝΤΗ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟΥ ΕΠΑΓΓΕΛΜΑΤΙΚΗΣ ΚΑΤΑΡΤΙΣΗΣ
ΣΙΒΙΤΑΝΙΔΕΙΟΥ ΣΧΟΛΗΣ**

**ΑΘΗΝΑ
2007**

ISBN: 978-960-337-073-4

Copyright © Ίδρυμα Ευγενίδου

Απαγορεύεται η ολική ή μερική ανατύπωση του βιβλίου και των εικόνων με κάθε μέσο καθώς και η διασκευή, η προσαρμογή, η μετατροπή και η κυκλοφορία του. (Άρθρο 3 του ν. 2121/1993).

Πρόλογος Γ΄ Εκδόσεως

Το βιβλίο αυτό της «Ανόργανης Αναλυτικής Χημείας», μέρος εργαστηριακό, καλύπτει το αντίστοιχο αναλυτικό πρόγραμμα του ΥΠΕΠΘ για τις αντίστοιχες ειδικότητες της ΤΕΕ, όπως Χημικών Εργαστηρίων, Βοηθών Φαρμακείων και Τεχνολογίας Τροφίμων, αλλά και των ειδικοτήτων της μεταδευτεροβάθμιας Επαγγελματικής Εκπαίδευσης και Κατάρτισης (ΙΕΚ) όπως των ειδικοτήτων «Τεχνικός Φαρμάκων και Καλλυντικών», «Εφαρμογών Διαιτητικής» και του τομέα «Τροφίμων και Ποτών».

Αποσκοπεί στη μελέτη της αποστολής του αναλυτικού Εργαστηρίου, στην παρουσίαση του απαραίτητου εξοπλισμού του, καθώς και στη σωστή εφαρμογή των δεξιοτήτων για την αλάθητη διεκπεραίωση μιας Εργαστηριακής Ασκήσεως. Επίσης παρέχει τις γνώσεις και την τεχνική για την εκτέλεση των αντιδράσεων των σπουδαιότερων ιόντων και για τη συστηματική ανάλυση των ανοργάνων ουσιών. Ακόμη περιγράφει τον τρόπο επιλύσεως πολλών ασκήσεων εφαρμογής για την καλύτερη κατανόηση της ποιοτικής και ποσοτικής αναλύσεως.

Το Α΄ μέρος παρέχει τις πρώτες γνώσεις, περισσότερο σε θεωρητική βάση, για να κατανοηθεί από το μαθητή και το σπουδαστή το αντικείμενο του μαθήματος, αλλά και ο τρόπος και το είδος των οργάνων που χρησιμοποιούνται για τις αναλύσεις.

Το Β΄ μέρος ασχολείται αποκλειστικά με την πειραματική μελέτη των ιδιοτήτων των κυριότερων ιόντων (κατιόντων και ανιόντων).

Αυτό κρίθηκε σκόπιμο γιατί έτσι ο ασκούμενος αποκτά ενδιαφέρον και επίγνωση για τις εκτελούμενες πειραματικές διεργασίες και η συστηματική ανάλυση αρχίζει από την ανίχνευση και μετά εισέρχεται στον προσδιορισμό του ιόντος, δηλαδή η Ποιοτική Ανάλυση προηγείται πάντοτε μιας Ποσοτικής Αναλύσεως.

Στο Γ΄ μέρος περιγράφονται εργαστηριακές μέθοδοι για τη συστηματική εξέταση ανοργάνων ουσιών. Αυτή παρέχεται έτσι, ώστε ο μαθητής ή ο σπουδαστής να διευκολύνεται και στην κατανόηση των εννοιών, αλλά και στην πραγματοποίηση της τεχνικής οποιουδήποτε ποσοτικού προσδιορισμού.

Ιδιαίτερα στην ποσοτική ανάλυση καταβλήθηκε προσπάθεια για πληρέστερη αναφορά και επεξηγήσεις, γιατί πιστεύουμε ότι αποτελεί το καταλληλότερο υπόβαθρο για την εφαρμογή θεμελιωδών ιδιοτήτων και αρχών της Χημείας, όταν μάλιστα είναι απαραίτητη η ενεργός συμμετοχή του μαθητή ή του σπουδαστή.

Σε κάθε ενότητα του βιβλίου περιέχονται αριθμητικά προβλήματα για τη διευκόλυνση των μαθητών να κατανοήσουν τον τρόπο υπολογισμού της χημικής συστάσεως διαφόρων διαλυμάτων ή ουσιών. Επίσης στο τέλος του βιβλίου υπάρχουν διάφορες ομάδες τεστ για τον καλύτερο συνδυασμό των θεωρητικών γνώσεων με τις εργαστηριακές.

Επιθυμώ τέλος να εκφράσω τις ευχαριστίες μου στην Επιτροπή Εκδόσεως του Ιδρύματος Ευγενίδου και στο τμήμα εκδόσεων ιδιαιτέρως, για την όλη προσπάθεια που κατέβαλαν για την πληρέστερη και αρτιότερη εμφάνιση του βιβλίου αυτού.

Ο συγγραφέας

ΜΕΡΟΣ ΠΡΩΤΟ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΗΝ ΑΝΟΡΓΑΝΗ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗ ΧΗΜΕΙΑ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΠΡΩΤΟ

ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΟΥ ΧΗΜΙΚΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ

1.1 Γενικές πληροφορίες.

Ένα σύγχρονο αναλυτικό χημικό εργαστήριο, πρέπει να έχει κτισθεί και διαμορφωθεί σύμφωνα με ορισμένους όρους και προδιαγραφές, απαραίτητες για την κατασκευή και κατανομή των χώρων. Πρέπει, επίσης κατά τους διεθνείς κανονισμούς, να περιέχει κατάλληλο εξοπλισμό ανταποκρινόμενο στις σημερινές ανάγκες και απαιτήσεις της σύγχρονης χημικής τεχνολογίας.

Η σωστή λειτουργία του **αναλυτικού χημικού εργαστηρίου** (σχ. 1.1α) εξασφαλίζεται μόνον όταν οι εγκαταστάσεις του είναι πρότυπες, εύχρηστες και ακολουθούν τους κανόνες ασφάλειας.

Στα επόμενα επιχειρείται η περιγραφή ενός σύγχρονου χημικού εργαστηρίου, ώστε οι μαθητές να πληροφορηθούν υπεύθυνα για όσα αφορούν σ' αυτό.

- 1) Η **κυρίως αίθουσα** του αναλυτικού χημικού εργαστηρίου περιέχει τους **πάγκους εργασίας**, οι οποίοι έχουν ενσωματωμένες εγκαταστάσεις παροχής νερού και αποχετεύσεως, νιπτήρες, συνεχούς και εναλλασσόμενου ρεύματος, φωταερίου.

Στη μέση των πάγκων στηρίζονται ράφια για εύχρηστα διαλύματα-αντιδραστήρια. Επίσης διαθέτουν ερμάρια και συρτάρια για φύλαξη μικροοργάνων απαραίτητων στο μαθητή για την ομαλή και ορθή εκτέλεση των εργαστηριακών ασκήσεων.

Τα υλικά κατασκευής των επιφανειών των πάγκων αυτών θα πρέπει να είναι οξύμαχα και πυρίμαχα και τα μεταλλικά μέρη τους ανοξειδωτα.

Στην αίθουσα υπάρχει πίνακας σε κατάλληλο χώρο, ώστε να υπάρχει πεδίο ορατότητας από τους ασκούμενους.

Επίσης σε κατάλληλους χώρους υπάρχουν προθήκες ξύλινες ή μεταλλικές, όπου φυλάσσονται διάφορα γυάλινα και πορσελάνινα είδη, καθώς και μικροσυσσκευές και αντιδραστήρια.

Απαραίτητη εγκατάσταση σε ένα αναλυτικό χημικό εργαστήριο είναι η **εστία** ή **απαγωγός** (σχ. 1.1β). Πρόκειται για ειδικό χώρο που εφάπτεται σε τοίχο και



Σχ. 1.1α.

Μερική άποψη χημικού αναλυτικού εργαστηρίου με τον απαραίτητο εξοπλισμό.



Σχ. 1.1β.

Απαγωγό χημικού αναλυτικού εργαστηρίου.

είναι απομονωμένος από τον κυρίως χώρο της αίθουσας με συρόμενες γυάλινες προσόψεις.

Στο επάνω μέρος προσαρτάται ειδικός **αναρροφητήρας**, ο οποίος λειτουργεί με ειδικό οξύμαχο κινητήρα εφελκυσμού αερίων.

Σκοπός του απαγωγού είναι να απαλλάσσει το περιβάλλον του εργαστηρίου από τα εκλυόμενα επιβλαβή αέρια, προϊόντα των χημικών αντιδράσεων.

- 2) Ιδιαίτερος χώρος που επικοινωνεί άμεσα με την αίθουσα εργαστηρίου, είναι η **αίθουσα αναλυτικών ζυγών** και διαφόρων ευαισθήτων οργάνων.
- 3) Δίπλα στο εργαστήριο είναι το **παρασκευαστήριο**, στο οποίο εκτελούνται όλες οι βοηθητικές εργασίες (παρασκευή διαλυμάτων, πειράματα) για τη σωστή προετοιμασία των εργαστηριακών αναλυτικών ασκήσεων. Στο χώρο αυτό μπορεί να υπάρχει και γραφείο, βιβλιοθήκη, πίνακες επισήμων προδιαγραφών των αναλύσεων κ.λ.π..

- 4) Ένα σύγχρονο καλά οργανωμένο και εξοπλισμένο χημικό εργαστήριο διαθέτει ειδικό χώρο **αποθήκης** των αντιδραστηρίων, των μικροσυσκευών και των οργάνων. Ο χώρος αυτός χρησιμεύει ως αίθουσα αποθεμάτων αναλώσιμου υλικού.

1.2 Κανόνες ασφάλειας στο χημικό εργαστήριο.

1.2.1 Γενικές πληροφορίες.

Επειδή οι χημικές ενώσεις (οξέα, βάσεις κ.λ.π.) είναι καθημερινά αντιδραστήρια στην τεχνική των ασκήσεων στο εργαστήριο και εγκυμονούν κινδύνους σωματικών βλαβών, πρέπει, όταν τις χρησιμοποιούμε, να λαμβάνομε ορισμένες προφυλάξεις και μέτρα ασφάλειας για την αποφυγή ατυχημάτων και υλικών φθορών ή ζημιών. Γι' αυτό η τήρηση των παρακάτω οδηγιών είναι απολύτως απαραίτητη:

- 1) Να τηρείτε καλή τάξη στα αντιδραστήρια και στα γυάλινα σκεύη.
- 2) Μετά το τέλος κάθε εργασίας ή πειράματος να πλύνετε καλά με σαπούνι τα χέρια σας και να τα ξεπλύνετε με άφθονο νερό.
- 3) Να ενημερωθείτε για τη θέση των πυροσβεστήρων, αλλά και για τη λειτουργία τους.
- 4) Να ενημερωθείτε για το κιβώτιο πρώτων βοηθειών και για τη χρησιμότητα των περιεχομένων διαλυμάτων ή παρασκευασμάτων.
- 5) Να αποφεύγετε τους αυθαίρετους πειραματισμούς με χημικές ουσίες ή υλικά.
- 6) Κατά την αφή (άναμμα) του εργαστηριακού λυχνού πρώτα ανάβουμε τη φλόγα του σπέρτου ή αναπτήρα και μετά ανοίγουμε τη στρόφιγγα του καυσίμου αερίου.
- 7) Να απομονώνετε τις εύφλεκτες ύλες, ώστε να μην είναι κοντά σε φλόγα.
- 8) Να ξεπλύνετε αμέσως και με άφθονο νερό τα μάτια σας ή τα χέρια σας μετά από επαφή με οποιοδήποτε αντιδραστήριο.
- 9) Να βρέξετε το μέρος που τυχόν έχει υποστεί έγκαυμα με αραιό διάλυμα κιτρικού οξέος ή να τοποθετήσετε (επαλείψετε) ειδική αλοιφή.
- 10) Να μεταγγίζετε το θειικό οξύ (πυκνό) σε ποσότητα νερού και ποτέ αντίστροφα.
- 11) Προτού να χρησιμοποιήσετε κάποιο αντιδραστήριο να διαβάσετε καλά την ετικέτα του (επιγραφή του).
- 12) Μην πατάτε σε βρεγμένο δάπεδο.
- 13) Να φοράτε την εργαστηριακή μπλούζα πάντοτε κουμπωμένη.
- 14) Να μετράτε τον όγκο οξέων και ισχυρών αλκαλικών διαλυμάτων με τον ογκομετρικό κύλινδρο στεγνό και τοποθετημένο επάνω στον πάγκο.
- 15) Να πλύνετε με οξυζενέ το τραύμα που δημιουργήθηκε από θραύσμα γυαλιού ή άλλου αντικειμένου.
- 16) Η χρήση αντιδραστηρίων που εκλύουν τοξικούς, δύσσομους ατμούς, γίνεται πάντοτε στον απαγωγό.
- 17) Όταν κατεργαζόσαστε γυάλινους σωλήνες (κοπή, πέρασμα σε φελλό) να χρησιμοποιείτε πάντοτε ύφασμα, με το οποίο θα τους κρατάτε.
- 18) Να βεβαιώνετε ότι οι ηλεκτρικές συσκευές είναι γειωμένες.

19) Να αναφέρετε οποιοδήποτε ατύχημα που σας συνέβη.

20) Να επιθεωρείτε το εργαστήριο σχολαστικά πριν φύγετε από αυτό και να κλείνετε τους διακόπτες ρεύματος, υγραερίου, νερού.

Στον πίνακα 1.2.1 αναγράφονται τα αντιδραστήρια που προκαλούν ατυχήματα ή δηλητηριάσεις καθώς και τα αντίδοτά τους.

ΠΙΝΑΚΑΣ 1.2.1

Δηλητήριο – Χημικό αντιδραστήριο	Αντίδοτο – Πρώτη αντιμετώπιση
Αλκάλια καυστικά	Χορηγείται διάλυμα ξιδιού (100g σε κάθε λίτρο νερού). Όχι πλύση στομάχου
Ανιλίνη (εισπνοή ατμών)	Εισπνοή καθαρού αέρα οξυγόνου.
Άνθρακα μονοξείδιο	Εισπνοή καθαρού αέρα.
Αμμωνία	Σε οξεία δηλητηρίαση: αφαίμαξη-μετάγγιση αίματος.
Αντιμονίου ενώσεις	Βλ. αλκάλια καυστικά.
Άργυρος νιτρικός	Πλύση στομάχου με διάλυμα ταννίνης 5–10%.
Αρσενικού ενώσεις	Πλύση στομάχου με διάλυμα χλωριούχου νατρίου 10–20% ή με λευκωματούχο νερό*.
Αρσενικούχο υδρογόνο	Πλύση στομάχου και ιατρική περίθαλψη.
Ασετυλίνη (ακετυλένιο)	Εισπνοή καθαρού αέρα, οξυγόνου. Τεχνητή αναπνοή.
Βαρίου ενώσεις	Όπως στο αρσενικούχο υδρογόνο.
Βενζίνη (εισπνοή ατμών)	Πλύση στομάχου με θειικό νάτριο 20 έως 50% ή με θειικό μαγνήσιο.
Βρώμιο (εισπνοή ατμών)	Εισπνοή καθαρού αέρα, οξυγόνου.
Θειικό οξύ	Εισπνοή καθαρού αέρα, οξυγόνου. Πλύση στομάχου με δισανθρακικό νάτριο (2 κουταλιές σε 1 λίτρο νερό). Χορήγηση γάλατος ή λευκωματούχου νερού*.
Ιώδιο	Απαγορεύεται η πλύση του στομάχου και η χορήγηση δισανθρακικού νατρίου ή ανθρακικού καλίου. Χορηγείται σαπωνούχο νερό, λάδι ή γάλα με κεκαυμένη μαγνησία· κατόπιν ιατρική περίθαλψη.
Κυανιούχο κάλιο	Πλύση του στομάχου με διάλυμα κόλλας ή αμύλου 10%.
Μολύβδου ενώσεις	Πλύση του στομάχου με διάλυμα υπερμαγγανικού καλίου 2% ή οξυζενέ 2% ή διάλυμα θειοθειικού νατρίου 3%. Επί κωματώδους καταστάσεως, ενδοφλέβια ένεση 100–200 ml διαλύματος κυανού του μεθυλενίου 1%.
Νιτρικό οξύ	Πλύση στομάχου με διάλυμα θειικού μαγνησίου ή θειικού νατρίου 50%.
Οξαλικό οξύ και άλατά του	Απαγορεύεται η πλύση του στομάχου. Χορηγείται κεκαυμένη μαγνησία με νερό ή σαπωνούχο νερό και εν ανάγκη κιμωλία.
Οξικό οξύ	Πλύση στομάχου με ασβέστιο νερό. Χορηγείται γάλα με ασβεστοσάκχαρο ή ασβέστιο νερό.
Υδραργύρου ενώσεις	Πλύση του στομάχου με θειική μαγνησία ή σαπωνούχο διάλυμα. Χορηγείται κιμωλία ή άλλη αλκαλική σκόνη (δισανθρακικό νάτριο). Εμετικά. Πλύση του στομάχου με λευκωματούχο νερό* (βλ. άργυρος νιτρικός).

Συνεχίζεται

Συνέχεια πίνακα 1.2.1

Δηλητήριο – Χημικό αντιδραστήριο	Αντίδοτο - Πρώτη αντιμετώπιση
Υδροθείο Υδροφθόριο Υδροχλώριο Χαλκού ενώσεις Χλώριο	Εισπνοή καθαρού αέρα ή οξυγόνου, τεχνητή αναπνοή, αφαίμαξη, μετάγγιση ή ένεση ορού. Επί εισπνοής: Καθαρός αέρας, οξυγόνο, αφαίμαξη. Όχι τεχνητή αναπνοή. Επί καταπόσεως (διαλύματος υδροφθορίου ή φθοριούχων αλάτων): Πλύση στομάχου με λευκωματούχο νερό* (βλ. άργυρος νιτρικός). Χορήγηση χλωριούχου ή γλυκονικού ασβεστίου (1:30), ομοίως γάλατος, πάγου. Όχι πλύση του στομάχου. Χορήγηση σαπουνούχου νερού ή κεκαυμένης μαγνησίας με νερό ή γάλα. Όχι δισανθρακικό νάτριο. Πλύση του στομάχου με λευκωματούχο νερό* (βλ. άργυρος νιτρικός). Όχι γάλα και λιπαρές ουσίες. Εισπνοή καθαρού αέρα, οξυγόνου, μικρής ποσότητας αμμωνίας.

* Λευκωματούχο νερό: 3 λευκώματα (ασπράδια) αυγού σε 1 λίτρο νερό.

1.3 Χημικά όργανα και σκεύη (περιγραφή, ταξινόμηση και φύλαξή τους).

1.3.1 Γενικές πληροφορίες.

Κατά την εκτέλεση των εργαστηριακών ασκήσεων είναι απαραίτητα και χρησιμοποιούνται διάφορα μικροόργανα-σκεύη από γυαλί, πορσελάνη ή σίδηρο.

Παρακάτω περιγράφονται τα σπουδαιότερα από τα σκεύη ενός αναλυτικού χημικού εργαστηρίου.

Τα όργανα αυτά διακρίνονται, ανάλογα με τη χρήση τους, σε **όργανα μετρήσεως όγκου**, **όργανα θερμάνσεως** και **πυρώσεως** και σε **όργανα στηρίξεως** και **συνδεσμολογίας σκευών**.

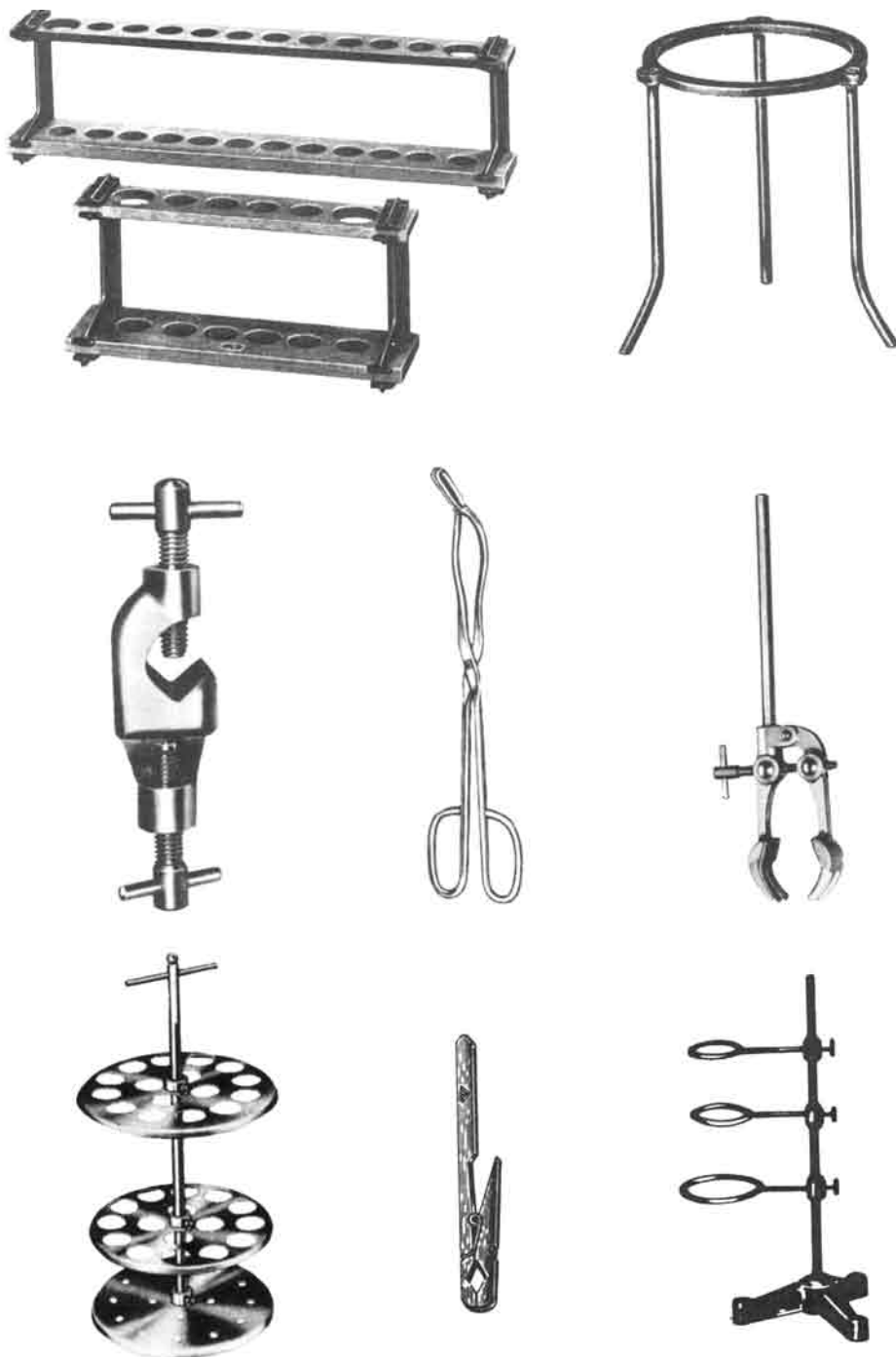
Στην πρώτη κατηγορία ανήκουν οι ογκομετρικές φιάλες, οι ογκομετρικοί κύλινδροι, τα σιφώνια, οι προχοϊδες κ.λ.π..

Στη δεύτερη περιλαμβάνονται τα τρίγωνα πορσελάνης, τα πλέγματα αμιάντου, οι λυχνίοι, οι τρίποδες, τα χωνευτήρια, οι πυρολαβίδες, οι λαβίδες, τα ποτήρια ζέσεως, κάψες κ.λ.π..

Στην κατηγορία των οργάνων στηρίξεως περιλαμβάνονται οι σφιγκτήρες, οι κοχλίες, τα στηρίγματα, τα έχματα ψυκτών και προχοϊδων, τα στηρίγματα χωνιών (σχ. 1.3) και δοκιμαστικών σωλήνων, οι δακτύλιοι κ.λ.π.. Τα χημικά όργανα, για να χρησιμοποιηθούν, θα πρέπει να είναι καθαρά και χωρίς ελαττώματα. Γι' αυτό είναι υποχρεωτικό να φυλάσσονται σε προθήκες ή συρτάρια, ώστε να αποφεύγονται φθορές.

Τα γυάλινα σκεύη ταξινομούνται και φυλάσσονται σε ξύλινες ή μεταλλικές προθήκες με συρόμενα τζάμια (υαλοπίνακα). Τα μεταλλικά όργανα τοποθετούνται σε ερμάρια ή συρτάρια των πάγκων.

Πολλά από τα όργανα που περιέχουν διάλυμα φυλάσσονται σε σταθερή θερμοκρασία μέσα σε ψυγείο που βρίσκεται στο χώρο του παρασκευαστηρίου.



Σχ. 1.3.
Διάφορα μικροόργανα χημικού εργαστηρίου.

1.4 Υλικά κατασκευής των χημικών οργάνων.

1.4.1 Γενικές πληροφορίες.

Το γυαλί αποτελεί το συνηθέστερο υλικό κατασκευής των περισσότερων χημικών οργάνων. Άλλα χρησιμοποιούμενα υλικά είναι η πορσελάνη, ο σίδηρος, τα πλαστικά και ελαστικά, ο λευκόχρυσος κ.λ.π..

Το πιο κατάλληλο είδος γυαλιού που χρησιμοποιείται για την κατασκευή οργάνων, είναι το **σκληρό γυαλί** ή pyrex, του οποίου η βασική χημική του σύνθεση είναι βορίου-πυριτίου.

Το μόνο μειονέκτημα του γυαλιού αυτής της ποιότητας είναι η ευθραυστότητά του. Γι' αυτό απαιτείται προσεκτικός χειρισμός από τον ασκούμενο (σχ. 1.4).



Σχ. 1.4.
Φιαλίδια αντιδραστηρίων.

Επίσης προσβάλλεται από μερικά διαλύματα αντιδραστηρίων, όπως τα καυστικά αλκάλια και το υδροφθορικό οξύ.

Το δεύτερο εύχρηστο υλικό κατασκευής σκευών είναι η πορσελάνη, η οποία αντέχει σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες και χρησιμεύει για την κατασκευή χωνευτηρίων, καψών και χωνιών Buchner.

Πλαστικά υλικά που έχουν σπάνιες ιδιότητες (**αδρανή, άθραυστα και ελαφριά**) είναι:

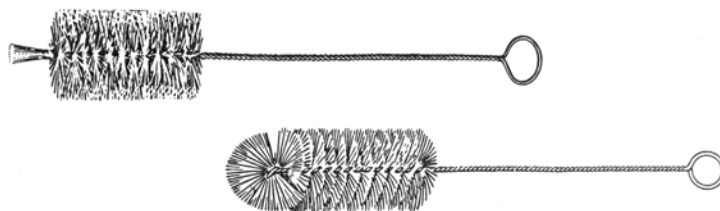
- 1) Το πολυαιθυλένιο που χρησιμοποιείται για την κατασκευή φιαλών, κυλίνδρων, υδροβολέων κ.λ.π..
- 2) Το πολυπροπυλένιο, σκληρότερο και διαυγέστερο από το πολυαιθυλένιο, που χρησιμοποιείται για την κατασκευή ογκομετρικών σκευών.
- 3) Το πολυβίνυλο-χλωρίδιο, το νάιλον κ.λ.π., που χρησιμοποιούνται για συσκευασίες αντιδραστηρίων και μικροσυσκευών.

Τα ελαστικά χρησιμοποιούνται για την κατασκευή σωλήνων και πωμάτων και είναι πολύ εύχρηστα στα χημικά εργαστήρια.

1.5 Καθαρισμός χημικών οργάνων.

Η αξιοπιστία των αποτελεσμάτων μιας χημικής αναλύσεως οφείλεται κατά κύριο λόγο στην καθαρότητα των χρησιμοποιούμενων οργάνων και σκευών.

Έτσι θα πρέπει να φροντίζουμε ώστε τα γυάλινα και πορσελάνινα σκεύη να είναι καθαρά και στεγνά πριν χρησιμοποιηθούν.



Σχ. 1.5.

Ψήκτρες.

Οι τρόποι και τα μέσα καθαρισμού ποικίλλουν. Εδώ θα αναφερθούμε στα βασικά **απορρυπαντικά** μέσα, καθώς και στην τεχνική τους.

Θα πρέπει να γνωρίζουμε ότι ένα σκεύος που συγκεντρώνει τοπικά σταγόνες είναι ακάθαρτο.

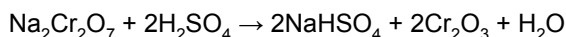
Το σκεύος αυτό, για να καθαρίσει γεμίζεται με ζεστό νερό και τρίβεται με τη βοήθεια ψήκτρας (βούρτσα ειδική) (σχ. 1.5) κυρίως εσωτερικά. Ξεπλένεται με νερό της βρύσης και έπειτα με αποσταγμένο νερό.

Οι λιπαρές ύλες καθαρίζουν ευκολότερα και πληρέστερα με τη βοήθεια **απορρυπαντικών**, διαλυμάτων **καυστικών αλκαλίων** και με **οργανικούς** διαλύτες, π.χ. **αλκοόλη, ακετόνη, αιθέρας** κ.λ.π..

Σε πολλά όργανα που δεν είναι δυνατή η μέθοδος καθαρισμού που προαναφέρθηκε (ιδιαιτερότητα κατασκευής), χρησιμοποιείται ειδικό διάλυμα δραστικού μέσου, το χρωμοθειικό μείγμα. Αυτό είναι μείγμα που αποτελείται από κορεσμένο διάλυμα διχρωμικού νατρίου και πυκνού θειικού οξέος.

Παρασκευάζεται με διάλυση 70 g $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ σε 500 ml H_2O και προσθήκη 500 ml πυκνού H_2SO_4 .

Η οξειδωτική δράση του μείγματος οφείλεται στο σχηματιζόμενο Cr_2O_3 κατά την αντίδραση.



Λόγω της μεγάλης δραστικότητάς του θα πρέπει να λαμβάνουμε προστατευτικά μέτρα κατά τη χρήση του, γιατί δημιουργεί σοβαρά εγκαύματα. Σε περίπτωση εγκαύματος πρέπει να ξεπλύνουμε με άφθονο νερό και στη συνέχεια με διάλυμα όξινου ανθρακικού νατρίου (NaHCO_3).

Αφού καθαρισθούν τα διάφορα σκεύη, αφήνονται να στραγγίσουν σε ειδικά στηρίγματα ή να στεγνώσουν στο πυριατήριο ή σε ρεύμα αέρα. Για γρήγορη ξήρανση μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε διαλύτες, όπως ακετόνη ή αλκοόλη, που παραλαμβάνουν τα απομείναντα σταγονίδια που είναι πτητικά σώματα λόγω του χαμηλού σημείου ζέσεως-σ. ζ.

Τα χωνευτήρια πορσελάνης, στα οποία έχουν απομείνει προϊόντα πυρώσεως, κυρίως οξειδία μετάλλων Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO κ.λ.π., καθαρίζονται με διάλυμα HCl 1:1 και ξεπλύματος με νερό. Τα σιφώνια και οι προχόιδες δεν ξηραίνονται ποτέ σε πυριατήριο, αλλά συνηθίζεται, πριν από τη χρήση τους, να εκπλένονται με το διάλυμα που θα χρησιμοποιηθεί προς μέτρηση ή με διαβίβαση θερμού αέρα.

Τέλος σκεύη στενόλαιμα που περιείχαν διάλυμα αερίου ή χρησιμοποιήθηκαν για την παρασκευή του, καθαρίζονται αφού γεμίσουν με νερό και υπερχειλίσουν. Έτσι παρασύρεται ο εκλυόμενος όγκος αερίου.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΥΤΕΡΟ

ΝΕΡΟ

(αποσταγμένο – αφαλατωμένο – αποσκληρυμένο κ.λ.π.)

2.1 Γενικές πληροφορίες.

Το νερό αποτελεί το βασικότερο αντιδραστήριο των χημικών εργαστηρίων, αφού χρησιμοποιείται για την παρασκευή όλων των υδατικών διαλυμάτων (διαλύτης χημικών ουσιών). Για να είναι κατάλληλο όμως το νερό που χρησιμοποιείται στο εργαστήριο, πρέπει να είναι χημικά καθαρό, δηλαδή απαλλαγμένο από άλατα και αέρια.

Σήμερα, στα σύγχρονα χημικά εργαστήρια, αλλά και στη βιομηχανία, χρησιμοποιείται **αφαλατωμένο** νερό, το οποίο είναι εντελώς απαλλαγμένο από όλα τα ιόντα (κατιόντα και ανιόντα) και ακόμη από τα αέρια. Αυτό επιτυγχάνεται με τη μέθοδο της **ιοντεναλλαγής**, κατά την οποία χρησιμοποιούνται ειδικοί αδιάλυτοι ιονεναλλάκτες μεγάλου μοριακού βάρους που καλούνται **ρητίνες**.

Το νερό που προέρχεται μετά τη χρήση των ρητινών ιοντεναλλαγής έχει μεγάλο βαθμό καθαρότητας και μπορούμε να πούμε ότι ανταποκρίνεται στο χημικό τύπο H_2O .

Το **αποσταγμένο** νερό είναι το προϊόν (απόσταγμα) της αποστάξεως του κοινού νερού. Αυτό δεν περιέχει άλατα, αλλά μπορεί να μην έχει απαλαχθεί από την παρουσία αερίων, π.χ. O_2 , CO_2 κ.λ.π.. Συνήθως για νερό καλύτερης ποιότητας επαναλαμβάνονται οι αποστάξεις.

Η τεχνική της αποστάξεως έχει πλέον αντικατασταθεί με την τεχνική καθαρισμού του νερού με αφαλάτωση, η οποία έχει και ποιοτικά καλύτερα αποτελέσματα, αλλά και κοστίζει λιγότερο.

Όταν ένα νερό περιέχει μεγάλες ποσότητες (διαλυμένες) αλάτων, κυρίως ασβεστίου και μαγνησίου $CaCl_2$, $MgSO_4$, $Ca(HCO_3)_2$ κ.λ.π., αυτό χαρακτηρίζεται **σκληρό νερό**. Οι διάφοροι τρόποι ή μέθοδοι απομακρύνσεως των αλάτων αυτών έχουν σκοπό να δώσουν νερό **αποσκληρυμένο**, δηλαδή απαλλαγμένο από τα άλατα του Ca και Mg , τα οποία σε μεγάλες ποσότητες δημιουργούν προβλήματα στη χρήση του νερού. Έτσι, κατά το πλύσιμο για παράδειγμα δεν αφήνουν το σαπούνι να αναπτύξει την απορρυπαντική του ιδιότητα, επειδή σχηματίζουν αδιάλυτα άλατα (δεν προκαλούν αφρίσμα του σαπουνιού).

Επίσης στη βιομηχανία προκαλεί το σχηματισμό, στις εγκαταστάσεις και στους λέβητες, δυσδιαλύτων αλάτων (πουρί), με αποτέλεσμα να παρεμποδίζεται η ομοιόμορφη μετάδοση της θερμότητας.

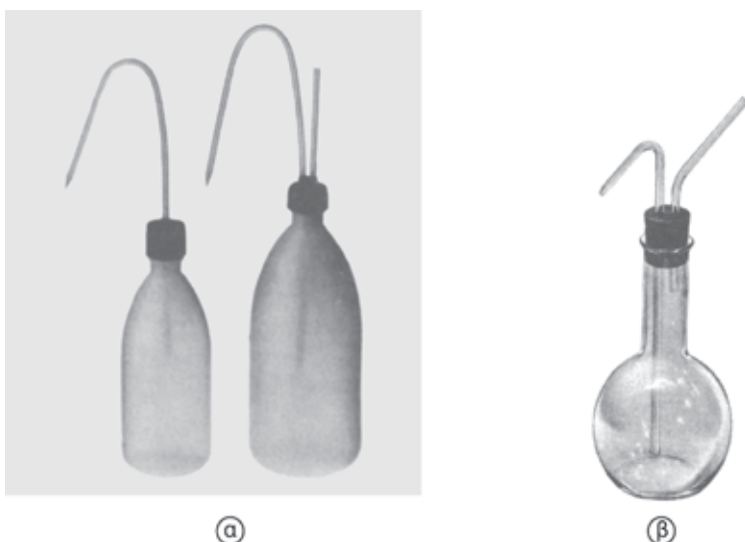
Τέλος, το νερό ονομάζεται **αποστειρωμένο**, όταν έχει απαλλαχθεί από παθογόνες ουσίες (βακτήρια). Η αποστείρωση γίνεται με προσθήκες στο νερό ελεγμένων ποσοτήτων οξειδωτικών σωμάτων, όπως χλωρίου, χλωρασβέστου, χλωραμινών κ.λ.π..

2.2 Υδροβολείς.

Τα σκεύη ή όργανα που χρησιμοποιούνται για τη φύλαξη και χρήση του αφαλατωμένου νερού λέγονται **υδροβολείς** (σχ. 2.2).

Τα υλικά κατασκευής τους είναι γυαλί ή πλαστική ύλη πολυαιθυλενίου. Σήμερα χρησιμοποιούνται ευρύτατα οι πλαστικοί υδροβολείς του 1 λίτρου ή των 500 ml.

Ο υδροβολέας χρησιμεύει στο αναλυτικό χημικό εργαστήριο για τις εκπλύσεις διαφόρων οργάνων ή ιζημάτων και για την παρασκευή διαλυμάτων (συμπλήρωση όγκου, αρραίωση κ.λ.π.).



Σχ. 2.2.

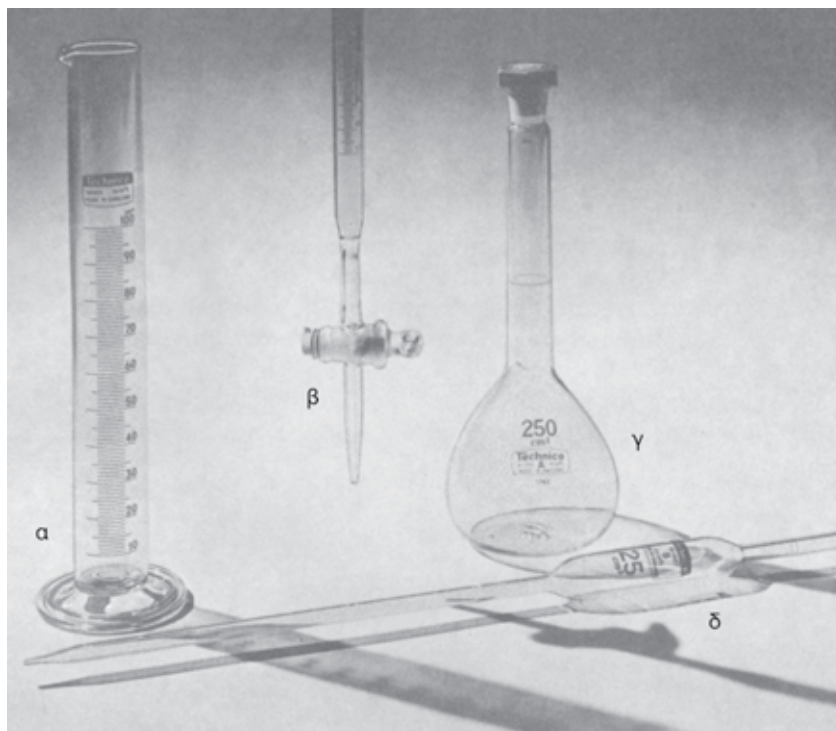
Υδροβολείς.

α) Πλαστικοί διαφόρων μεγεθών (0,5 και 1 λίτρου). β) Γυάλινος 1 λίτρου.

2.3 Όργανα μέτρησης όγκου υγρών.

Η ακριβής μέτρηση του όγκου των διαφόρων διαλυμάτων αποτελεί σπουδαίο παράγοντα για τη σωστή και υπεύθυνη χημική ανάλυση.

Τα συνηθισμένα όργανα που χρησιμοποιούνται στο αναλυτικό χημικό εργαστήριο για τη μέτρηση του όγκου υγρών καλούνται **ογκομετρικά** και είναι: οι ογκομετρικοί κύλινδροι, οι προχοϊδες, οι ογκομετρικές φιάλες και τα σιφώνια (σχ. 2.3). Τα όργανα με μικρότερη ακρίβεια από τα παραπάνω είναι οι ογκομετρικοί κύλινδροι.

**Σχ. 2.3.**

Όργανα μετρήσεως όγκου υγρών και διαλυμάτων.

α) Κύλινδρος. β) Προχοΐδα. γ) Ογκομετρικές φιάλες. δ) Σιφώνιο.

Τα όργανα αυτά είναι βαθμονομημένα ώστε να μετρούν με ακρίβεια σε θερμοκρασία 20°C (αναγράφεται σε ειδική θέση).

Κάθε όργανο από αυτά φέρει οριζόντιες γραμμές (χαραγμένες), οι οποίες παρέχουν την ένδειξη του όγκου που περιέχουν.

Η ανάγνωση του όγκου είναι ορθή, όταν το κάτω μέρος του σχηματιζόμενου μηνίσκου της επιφάνειας του υγρού εφάπτεται με τη χαραγή.

Επίσης τα όργανα αυτά θα πρέπει να είναι εσωτερικά λεία και καθαρά για να μετρούν με ακρίβεια. Αυτό επιτυγχάνεται συνήθως αν τα καθαρίσουμε με χρωμοθειικό οξύ.

Τέλος τα ογκομετρικά όργανα έχουν διάφορα μεγέθη: π.χ. 10 ml, 100 ml, 250 ml, 1 λίτρου (ογκομετρικοί κύλινδροι) 1 ml, 5 ml, 25 ml, 50 ml (σιφώνια) 100 ml, 250 ml, 500 ml, 1 λίτρου (ογκομετρικές φιάλες) 25 ml, 50 ml, 100 ml (προχοΐδες).

2.4 Ογκομετρικά όργανα.

2.4.1 Ογκομετρικές φιάλες (σχ. 2.4α).

Οι φιάλες αυτές έχουν σχήμα αποπειδές, φέρουν μακρύ λαιμό με απλή ή διπλή

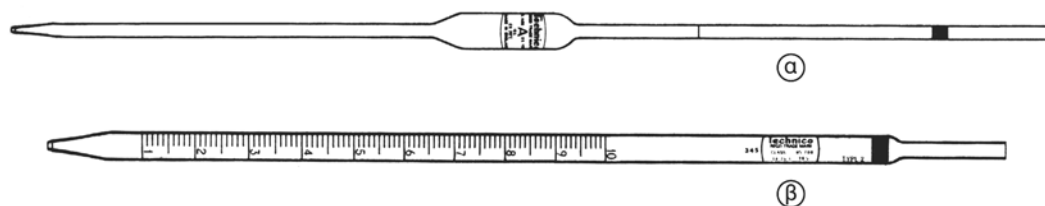
χαραγή και πυθμένα επίπεδο. Είναι όργανα μεγάλης ακρίβειας και χρησιμοποιούνται κυρίως για την παρασκευή προτύπων διαλυμάτων.



Σχ. 2.4α.
Ογκομετρικές φιάλες.

2.4.2 Σιφώνια (σχ. 2.4β).

Είναι όργανα ακριβείας που χρησιμεύουν για τη λήψη ορισμένου όγκου υγρού. Διακρίνονται σε δύο τύπους: Τα σιφώνια **εκροής** [σχ. 2.4β(α)] και τα **αριθμημένα** [σχ. 2.4β(β)]. Τα σιφώνια εκροής στη μέση του μήκους τους φέρουν διόγκωση, ενώ τα αριθμημένα είναι σωλήνες γυάλινος.

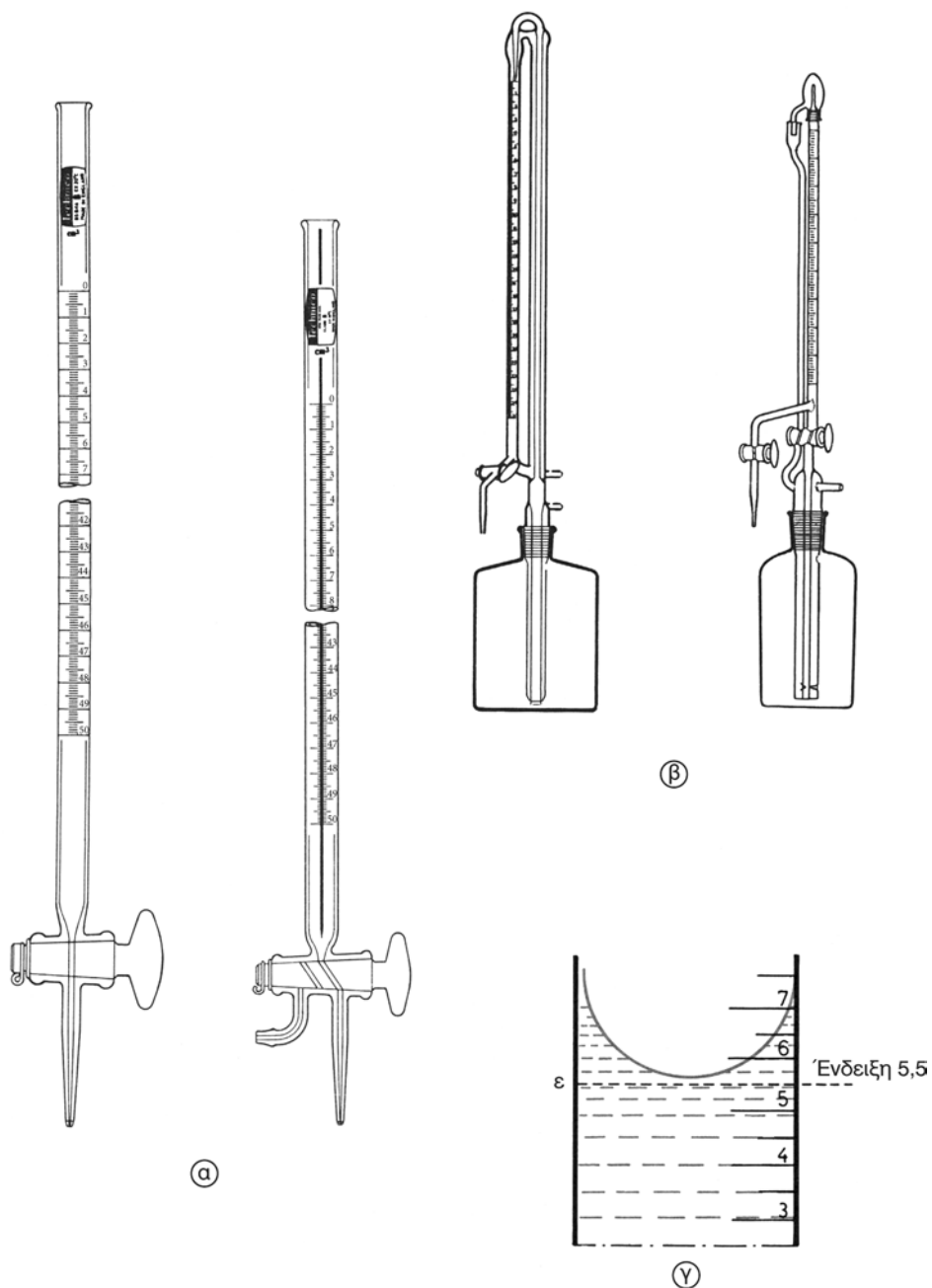


Σχ. 2.4β.
Σιφώνια.
α) Εκροής. β) Αριθμημένο.

2.4.3 Προχοϊδες.

Οι προχοϊδες (σχ. 2.4γ) είναι όργανα που χρησιμοποιούνται κατά κύριο λόγο στην ποσοτική ανάλυση των ογκομετρήσεων. Είναι όργανα μεγάλης ακρίβειας, αποτελούνται από μακρύ αριθμημένο γυάλινο σωλήνα με ίδια διάμετρο σε όλο το μήκος. Στο κάτω μέρος φέρουν στρόφιγγα, με την οποία ρυθμίζεται η εκροή και κατά συνέπεια η μέτρηση του όγκου του διαλύματος που εκρέει.

Η περιεκτικότητα των προχοϊδων συνήθως είναι 25 ml ή 50 ml με βαθμολόγηση 0,1 ml. Η ορθή ανάγνωση μιας προχοϊδας επιτυγχάνεται όταν ο οφθαλμός βρίσκεται στο ίδιο επίπεδο με το **μηνίσκο** [σχ. 2.4γ(γ)].



Σχ. 2.4γ.

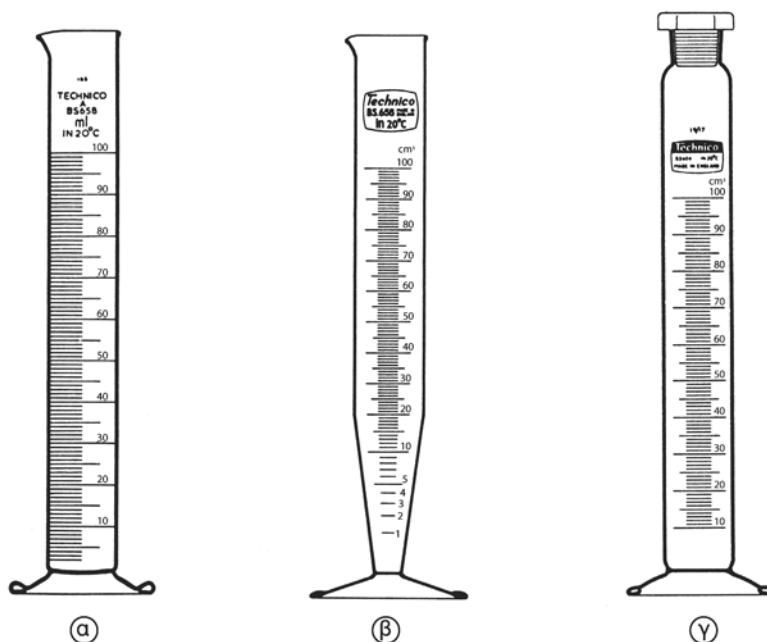
Προχοίδες.

α) Απλές. β) Αυτόματες. γ) Ορθή ανάγνωση στο σχηματιζόμενο μηνίσκο.

2.4.4 Ογκομετρικοί κύλινδροι (σχ. 2.4δ).

Οι ογκομετρικοί κύλινδροι είναι όργανα γυάλινα που χρησιμεύουν για τη λήψη ορισμένου όγκου υγρού, αλλά με πολύ μικρή ακρίβεια. Οι ογκομετρικοί κύλινδροι φέρουν βαθμονόμηση και υπάρχουν δύο τύποι: οι με εσφυρισμένο πώμα και οι με χωρίς πώμα.

Αν στον κύλινδρο ληφθεί ανάγνωση ότι αντιστοιχεί σε π.χ. 70 ml, αυτό σημαίνει, **όχι ότι μέσα στον κύλινδρο είναι 70 ml, αλλά αν κενωθεί θα εκκρεύσουν 70 ml υγρού.**



Σχ. 2.4δ.

Ογκομετρικοί κύλινδροι.

α,β) Χωρίς πώμα (απλοί). γ) Με εσφυρισμένο πώμα.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΤΡΙΤΟ

ΖΥΓΟΣ – ΖΥΓΙΣΗ

3.1 Γενικές πληροφορίες.

Σε ένα χημικό εργαστήριο το κύριο όργανο-συσσκευή που χρησιμοποιείται στην ποσοτική ανάλυση είναι ο **αναλυτικός ζυγός**.

Με το ζυγό αυτόν προσδιορίζεται η μάζα των διαφόρων ουσιών.

Ο ζυγός με δύο δίσκους αποτελεί την πιο συνηθισμένη μορφή κλασικής συσκευής, η δε λειτουργία του στηρίζεται στη **φάλαγγα** που διαθέτει.

Σήμερα στα σύγχρονα αναλυτικά εργαστήρια χρησιμοποιείται ο **ηλεκτρονικός αναλυτικός ζυγός** (σχ. 3.1α) με ένα δίσκο.

Η λειτουργία αυτού του ζυγού στηρίζεται σε δύο βραχίονες, από τους οποίους ο ένας χρησιμεύει σαν αντίβαρο, ενώ ο άλλος φέρει τη σειρά των σταθμών.

Το αντικείμενο (ουσία) που θέλουμε να ζυγίσουμε τοποθετείται στο δίσκο, ενώ με κουμπιά προσθέτουμε ή απομακρύνουμε αριθμό σταθμών (ίσου βάρους προς το βάρος της ουσίας).

Πλεονέκτημα αυτού του ζυγού είναι η μεγάλη του **ευαισθησία**, η **ακρίβεια** και η **ταχύτητα** ζυγίσεως.

Ως **ευαισθησία** ενός ζυγού ορίζεται ο αριθμός των διαιρέσεων της κλίμακας κατά τις οποίες μετατοπίζεται το σημείο ισορροπίας, με την προσθήκη επί πλέον βάρους 1 mg.

Στην πράξη η ευαισθησία ενός ζυγού ελαττώνεται με την αύξηση του φορτίου.

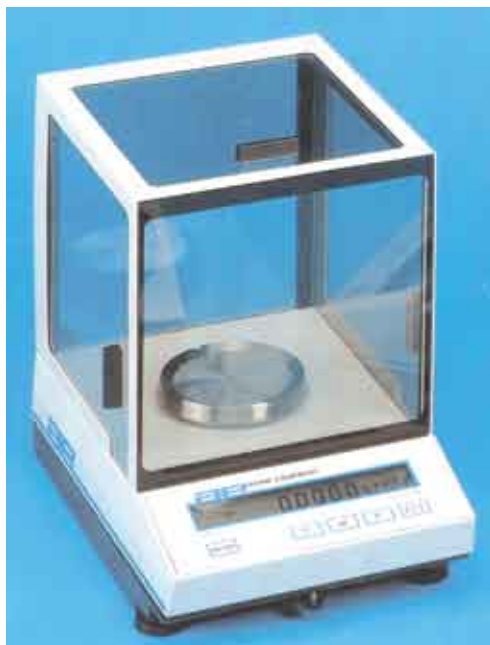
Η **ακρίβεια** ενός ζυγού χαρακτηρίζεται από τη διαφορά μεταξύ του πραγματικού βάρους ενός σώματος και του βάρους που μας δείχνει ο ζυγός.

Η **επαναληψιμότητα** του ζυγού παρέχεται από τις διαφορές μεταξύ των αποτελεσμάτων επανειλημμένων ζυγίσεων του ίδιου αντικειμένου.

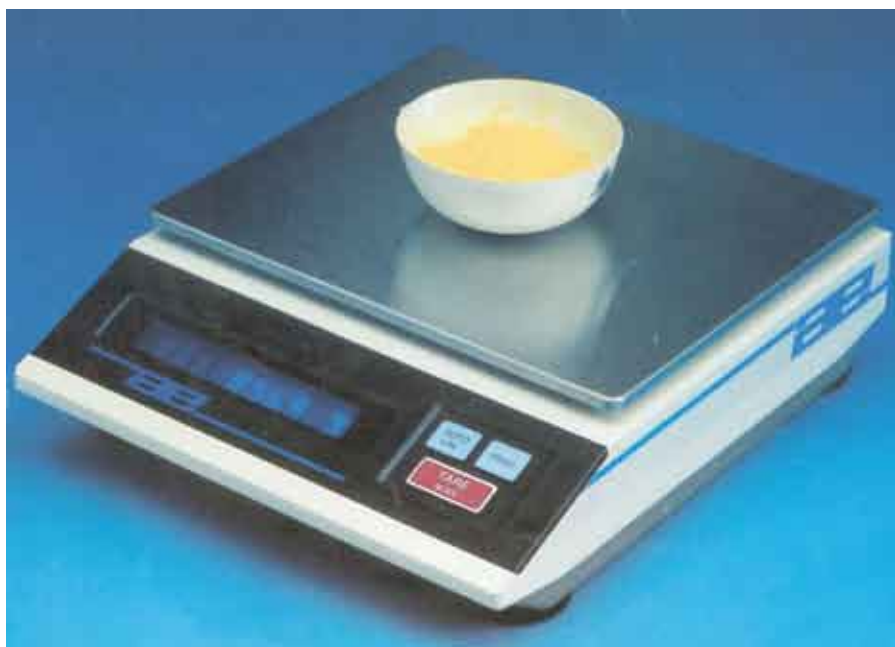
Στα χημικά εργαστήρια συνηθίζεται να χρησιμοποιείται και ο **φαρμακευτικός ζυγός** (σχ. 3.1β), ακρίβειας 0,001 g, για εξυπηρέτηση και ευκολία κατά την παρασκευή πολλών διαλυμάτων ή παρασκευασμάτων. Σ' αυτόν το ζυγό ζυγίζουμε σώματα βάρους μέχρι 100 g.

Προφύλαξη.

Ο αναλυτικός ζυγός θα πρέπει να τοποθετείται σε στέρεη βάση, ώστε να μην επηρεάζεται από κραδασμούς και σε ξεχωριστή αίθουσα (δωμάτιο) παραπλεύρως του εργαστηρίου, για να προφυλάσσεται από σκόνες, ατμούς και ρεύματα αέρα.



Σχ. 3.1α.
Ηλεκτρονικός αναλυτικός ζυγός.



Σχ. 3.1β.
Φαρμακευτικός ζυγός.

3.2 Ειδικό βάρος σωμάτων.

Ειδικό βάρος ενός σώματος είναι το βάρος του σώματος αυτού που περιέχεται στη μονάδα του όγκου του. Εκφράζεται από τη σχέση:

$$\varepsilon.β. = \frac{B}{V}$$

Έτσι, αν ζυγίσουμε το βάρος ενός αντικειμένου – και έστω B g, του οποίου οι διαστάσεις δίνουν όγκο V cm³, τότε το ε.β. του είναι:

$$\varepsilon.β. = \frac{B}{V} \text{ g/cm}^3$$

Στην περίπτωση που το σώμα έχει ακανόνιστο σχήμα, αλλά είναι αδιάλυτο στο νερό, ο όγκος του υπολογίζεται από τον όγκο που αυτό καταλαμβάνει αν βυθισθεί σε ογκομετρικό κύλινδρο με νερό (αρχή της ανώσεως).

3.3 Προσδιορισμός πυκνότητας.

Η πυκνότητα ορίζεται ως η μάζα του σώματος ανά μονάδα όγκου του. Εκφράζεται συνήθως σε g/cm³ ή g/ml.

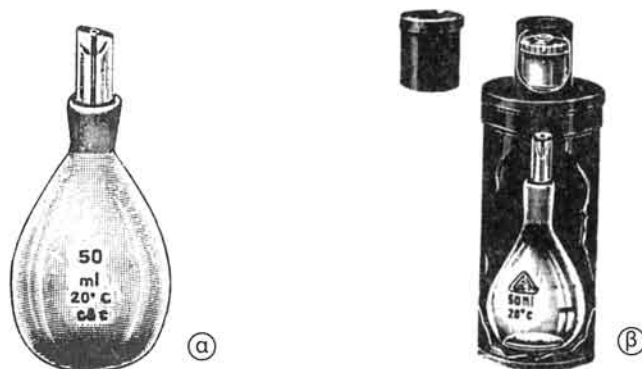
3.4 Προσδιορισμός πυκνότητας υγρού με τη μέθοδο της ληκύθου.

3.4.1 Πορεία εργασίας.

- 1) Ζυγίζουμε το ακριβές βάρος της ληκύθου (σχ. 3.4) καθαρής και μαζί με το πώμα.
- 2) Γεμίζουμε τη ληκύθου με το προς μέτρηση υγρό (θερμοκρασία 20°C) και την πω-
ματίζουμε.
- 3) Με διηθητικό χάρτη την ξηραίνουμε εξωτερικά και παίρνουμε το μεικτό βάρος.
- 4) Από τη διαφορά των δύο βαρών υπολογίζουμε τη μάζα του περιεχομένου υγρού.
- 5) Έχουμε γνωστό τον όγκο της ληκύθου, οπότε από τη σχέση $d = m/V$ υπολογίζουμε την πυκνότητα του υγρού.

Παρατηρήσεις.

- 1) Αντί της ληκύθου μπορεί να χρησιμοποιήσουμε ογκομετρική φιάλη των 50 ml.
- 2) Με τη μέθοδο της ληκύθου μπορεί να υπολογίσουμε και το ε.β. στερεού σώματος, όταν αυτό βρίσκεται σε μορφή σκόνης. Αρκεί το στερεό να είναι αδιάλυτο στο νερό. Σε αντίθετη περίπτωση χρησιμοποιούμε ως υγρό συμπληρώσεως του όγκου της ληκύθου διαλύτες οργανικούς, όπως καθαρό πετρέλαιο, τολου-
όλιο κ.λ.π..

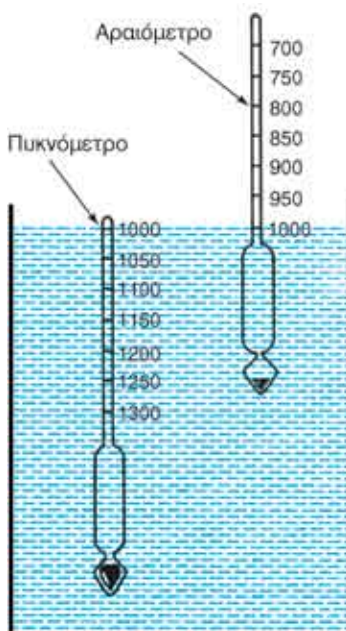


Σχ. 3.4.

α) Λήκυθος. β) Λήκυθος σε μονωτικό μανδύα.

3.5 Μέτρηση πυκνότητας υγρών με αραιόμετρα ή πυκνόμετρα.

Τα όργανα αυτά φέρουν λεπτό στέλεχος βαθμονομημένο καθ' όλο το μήκος του, όπου μπορούμε να διαβάσουμε απευθείας την τιμή της πυκνότητας του υγρού. Αυτή αντιστοιχεί στην ένδειξη του σημείου, μέχρι του οποίου αυτό είναι βυθισμένο στο υγρό (σχ. 3.5). Τα όργανα αυτά ονομάζονται **αραιόμετρα**, όταν φέρουν κλίμακα



Σχ. 3.5.

Μέτρηση πυκνότητας υγρού με αραιόμετρο ή πυκνόμετρο.

κάτω της μονάδας, άρα μετρούν πυκνότητα μικρότερη του νερού, και **πυκνόμετρα**, όταν φέρουν κλίμακα πάνω από τη μονάδα και μετρούν υγρά πυκνότερα από το νερό.

Επειδή εκ κατασκευής η μέτρησή τους είναι σωστή και ακριβής στους 15°C (Gay-Lussac), γι' αυτό, κάθε φορά που παίρνομε την ένδειξη της d, θα λαμβάνομε συγχρόνως υπόψη μας και τη θερμοκρασία του υγρού, ώστε να γίνονται οι κατάλληλες-απαραίτητες διορθώσεις (πίνακας 3.5.1).

Για τη μέτρηση της πυκνότητας των υγρών χρησιμοποιούνται και τα **μπωμόμετρα**, που μετρούν πυκνότητες μεγαλύτερες από τη μονάδα (παχύρρευστα υγρά) και η μετατροπή των βαθμών Bé σε g/ml (d) δίνεται από τις σχέσεις:

$$d = \frac{145}{145 - \text{Bé}} \quad (\text{για υγρά βαρύτερα από το νερό})$$

και

$$d = \frac{146}{136 + \text{Bé}} \quad (\text{για υγρά ελαφρύτερα από το νερό})$$

Τέλος με τα **αλκοολόμετρα** υπολογίζομε την κατ' όγκο περιεκτικότητα των αλκοολούχων διαλυμάτων σε αλκοόλη.

ΠΙΝΑΚΑΣ 3.5.1

Αντιστοιχία βαθμών Baumé (Bé) και πυκνότητας (d) στους 15°C

Bé	d	Bé	d	Bé	d	Bé	d	Bé	d
0	0,9991	14	1,106	28	1,240	42	1,409	56	1,633
1	1,006	15	1,115	29	1,250	43	1,423	57	1,652
2	1,013	16	1,124	30	1,261	44	1,437	58	1,671
3	1,020	17	1,133	31	1,273	45	1,452	59	1,690
4	1,028	18	1,142	32	1,284	46	1,467	60	1,710
5	1,035	19	1,151	33	1,295	47	1,482	61	1,731
6	1,042	20	1,160	34	1,307	48	1,497	62	1,752
7	1,050	21	1,169	35	1,319	49	1,513	63	1,773
8	1,058	22	1,179	36	1,331	50	1,529	64	1,795
9	1,066	23	1,189	37	1,344	51	1,545	65	1,818
10	1,074	24	1,199	38	1,356	52	1,562	66	1,841
11	1,082	25	1,209	39	1,369	53	1,579		
12	1,090	26	1,219	40	1,382	54	1,597		
13	1,098	27	1,229	41	1,396	55	1,615		

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΤΕΤΑΡΤΟ

ΘΕΡΜΑΝΣΗ – ΠΥΡΩΣΗ

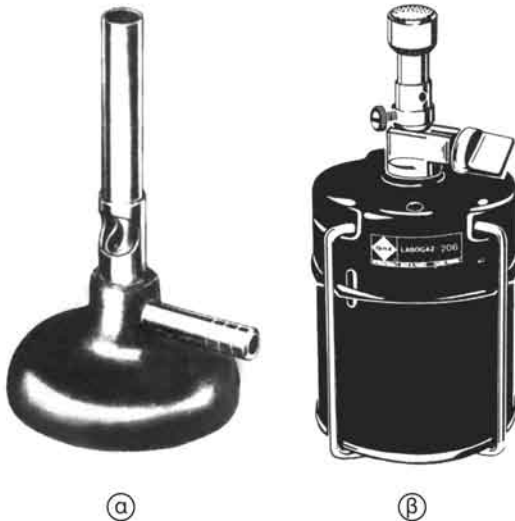
4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Τα φαινόμενα, κατά τη διάρκεια των οποίων μεταβάλλεται η αρχική σύσταση των διαφόρων σωμάτων και παρέχουν νέα σώματα, λέγονται **χημικά φαινόμενα**. Ως αίτιο της δημιουργίας αυτών των νέων μορίων είναι η ταυτόχρονη μεταβολή **της εσωτερικής ενέργειας** των αρχικών σωμάτων. Η μεταβολή αυτή συνοδεύεται με έκλυση ή απορρόφηση θερμότητας.

Έτσι, αν αυξηθεί η θερμοκρασία σε ένα σώμα, έχουμε τη δημιουργία χημικού φαινομένου, δηλαδή παροχή προϊόντων με διαφορετικές ιδιότητες από το αρχικά θερμαινόμενο σώμα.

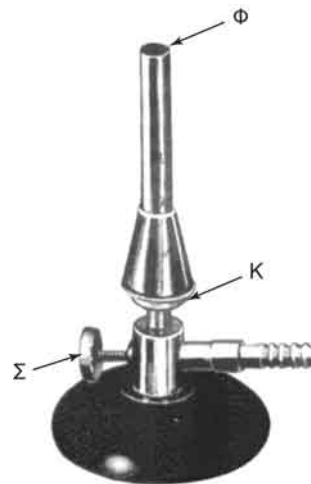
Όταν η αύξηση της θερμοκρασίας φθάνει τους 500°C , έχουμε **θέρμανση**. Αν αυτή υπερβεί τους 500°C τότε έχουμε **πύρωση** των σωμάτων. Στα χημικά εργαστήρια συνηθίζεται για μεν τις θερμάνσεις να χρησιμοποιούμε ειδικούς **λύχνους** ή **καμινέτα**, ενώ για τις πυρώσεις **ηλεκτρικές συσκευές**.

Οι δύο τύποι λύχνων (καυστήρων) που χρησιμοποιούνται είναι ο **Bunsen** (σχ. 4.1α) και ο **Teclu** (σχ. 4.1β). Ο δεύτερος είναι ισχυρότερος του πρώτου, επειδή η εισροή



Σχ. 4.1α.

α) Λύχνος Bunsen. β) Σύγχρονος εργαστηριακός καυστήρας τύπου Bunsen με ενσωματωμένη φιάλη υγραερίου.



Σχ. 4.1β.

Λύχνος Teclu.

καυσιγόνου Κ (ατμοσφαιρικού αέρα) είναι πιο άφθονη και έτσι γίνεται πιο τέλεια η καύση του **καύσιμου** αερίου (φωταερίου, προπανίου κ.λ.π.). Κατά το άναμμα του λύχνου ανάβομε **πρώτα το σπίρτο** στο επάνω άκρο του σωλήνα Φ και μετά ανοίγομε τη στρόφιγγα Σ του καύσιμου αερίου. Η είσοδος του αέρα Κ πρέπει να παραμένει στην αρχή κλειστή, για να δημιουργείται πρώτα ήπια **ατελής** καύση και μετά να ανοίγεται σιγά–σιγά, ώστε να καθορίζεται και το **ύψος** της φλόγας, αλλά και η **τέλεια καύση**.

4.2 Αναγωγική και οξειδωτική φλόγα.

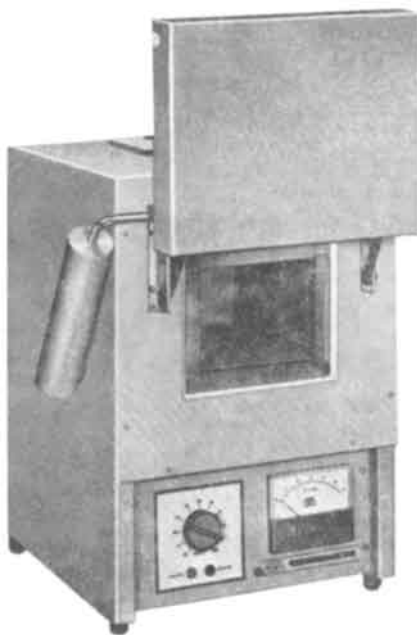
Αναγωγική ή **αιθαλίζουσα** φλόγα είναι η φλόγα που παρουσιάζει αναγωγικές ιδιότητες λόγω **ατελούς** καύσεως (έλλειψη οξυγόνου). Δημιουργείται με κλειστό το μανδύα Κ και σχηματίζει διάπυρο άνθρακα (αιθάλη) (μαυρίζει καθαρό γυαλί). Ως φλόγα είναι αδύναμη και συνεπώς μη χρήσιμη στις εργαστηριακές ανάγκες. Το χρώμα της είναι **κίτρινο–φωτεινό**.

Η **οξειδωτική** φλόγα είναι προϊόν **τέλειας** καύσεως (επάρκεια οξυγόνου), έχει υψηλή θερμοκρασία και γι' αυτό έχει και οξειδωτικές ιδιότητες. Το χρώμα της είναι **μπλε** ανοικτό και χρησιμεύει στις θερμάνσεις ή πυρώσεις των σωμάτων.

4.3 Ηλεκτρικές συσκευές πυρώσεως.

Τα σύγχρονα χημικά εργαστήρια είναι εξοπλισμένα με ηλεκτρικές συσκευές που χρησιμοποιούνται για την επίτευξη υψηλών θερμοκρασιών.

Τέτοιες συσκευές είναι τα **ηλεκτρικά εργαστηριακά καμίνια** (φούρνοι) (σχ. 4.3α) σε διάφορους τύπους και διάφορες εσωτερικές διαστάσεις (θάλαμος πυρώσεως).



Σχ. 4.3α.
Ηλεκτρικό καμίνι.

Φέρουν επίσης ενσωματωμένα θερμόμετρα κλίμακας 0–1200°C, θερμοστάτη και ειδική πυρίμαχη επένδυση (πλάκες) με ενσωματωμένες αντιστάσεις (σχ. 4.3β). Διαθέτουν χώρο 5–10 χωνευτηρίων μεσαίου μεγέθους.

Άλλα **βοηθητικά όργανα** πυρώσεως είναι τα τρίγωνα πυρώσεως (σχ. 4.3γ), τα χωνευτήρια (σχ. 4.3δ), τα πλέγματα πυρώσεως (σχ. 4.3ε), οι τρίποδες πυρώσεως (σχ. 4.3στ) κ.λ.π..



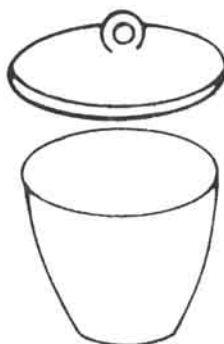
Σχ. 4.3β.

Ηλεκτρικό καμίνι στο οποίο είναι εμφανής η εσωτερική πυρίμαχη πλάκα με τις ενσωματωμένες αντιστάσεις.



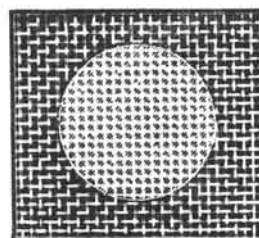
Σχ. 4.3γ.

Τρίγωνο πυρώσεως.



Σχ. 4.3δ.

Χωνευτήριο πορσελάνης.



Σχ. 4.3ε.

Πλέγμα πυρώσεως (αμιάντου).



Σχ. 4.3στ.
Τρίποδας πυρώσεως.

4.3.1 Ξηραντήρας.

Στη διαδικασία των πειραμάτων θερμάνσεως και πυρώσεως είναι απαραίτητο ένα σκεύος από γυαλί, το οποίο χρησιμεύει για την προφύλαξη των σωμάτων που βγαίνουν από συσκευές πυρώσεως ή θερμάνσεως, ώστε να αποκτούν τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος χωρίς να έρχονται σε επαφή με τον ατμοσφαιρικό αέρα (συγκράτηση υγρασίας, κόνεως, CO_2 κ.λ.π.). Αυτό το σκεύος-όργανο λέγεται **ξηραντήρας** (σχ. 4.3ζ) και αποτελείται από την κυρίως γυάλινη κατασκευή με εσφυρισμένο καπάκι και πορσελάνινη πλάκα διάτρητη, κάτω από την οποία υπάρχει χώρος, όπου τοποθετείται το **ξηραντικό υλικό** που απορροφά την υγρασία του εσωτερικού χώρου.



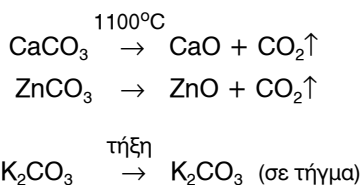
Σχ. 4.3ζ.
Ξηραντήρας κενού.

4.4 Θερμικές διασπάσεις σωμάτων.

Τα διάφορα σώματα θερμαινόμενα ή πυρούμενα υφίστανται μεταβολές και παρέχουν, ανάλογα με τη χημική σύστασή τους, νέα προϊόντα.

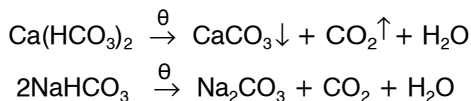
4.4.1 Ουδέτερα ανθρακικά άλατα.

Τα ανθρακικά άλατα όλων των μετάλλων, όταν θερμαίνονται ή πυρώνονται, διασπώνται σε οξείδια αυτών και CO_2 . Αυτό δεν συμβαίνει με το K_2CO_3 και Na_2CO_3 , τα οποία πυρούμενα τήκονται (δεν διασπώνται) και το BaCO_3 το οποίο διασπάται στην υψηλή θερμοκρασία των 1400°C .



Τα **όξινα ανθρακικά άλατα** θερμαινόμενα παρέχουν τα ουδέτερα άλατά τους, CO_2 και H_2O .

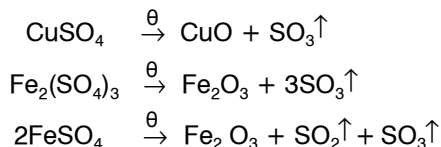
Αυτό συμβαίνει όταν το όξινο ανθρακικό άλας βρίσκεται και σε στερεή κατάσταση και σε διαλυμένη:

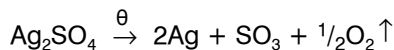


Η πρώτη αντίδραση είναι αντιπροσωπευτική της διαδικασίας της αποσκληρύνσεως του νερού κατά το βρασμό του. Η δεύτερη είναι η χαρακτηριστική δεύτερη φάση παρασκευής της σόδας με τη μέθοδο Solvay.

4.4.2 Θεϊκά άλατα.

Όλα τα θεϊκά άλατα των μετάλλων θερμαινόμενα διασπώνται εκτός των αλκαλίων (Na, K), των αλκαλικών γαιών [$\text{Ca}, \text{Mg}, \text{Ba}$] και των Mn και Pb . Τα διασπώμενα εκλύουν SO_3 και σχηματίζονται συγχρόνως οξείδια των μετάλλων με το ίδιο σθένος, εκτός του FeSO_4 . Αν το οξείδιο του μετάλλου είναι ασταθές κατά τη θέρμανση (Hg, Ag), τότε σχηματίζεται μέταλλο, SO_3 , και O_2 :



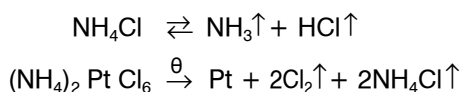


Τα όξινα θειώδη άλατα θερμαινόμενα μετατρέπονται σε ουδέτερα:



4.4.3 Χλωριούχα άλατα.

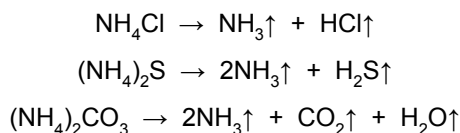
Θερμαινόμενα είναι όλα σταθερά εκτός του NH_4^+ και των ευγενών μετάλλων (Au, Pt):



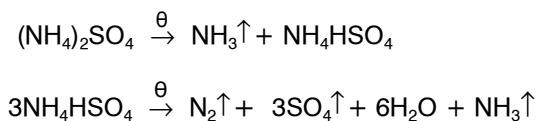
Τα χλωρικά διασπώνται: $\text{KClO}_3 \xrightarrow{\theta} \text{KCl} + \frac{3}{2}\text{O}_2\uparrow$

4.4.4 Αμμωνιακά άλατα.

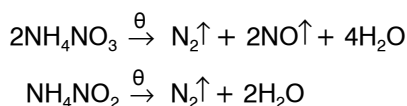
Αν το άλας σχηματίζεται από επίδραση πτητικού οξέος CHCl , HBr , HS , H_2S , CO_2 , τα προϊόντα της θερμικής διασπάσεως είναι NH_3 και οξύ:



Στην περίπτωση του H_2SO_4 (οξύ μη πτητικό) η διάσπαση γίνεται σε δύο στάδια, αναλόγως της ισχυρής ή μη θερμάνσεως, κατά τις αντιδράσεις:

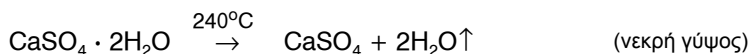
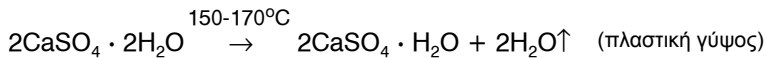


Αν το άλας σχηματίζεται από ανιόν οξειδωτικό, προκαλείται αυτοοξειδοαναγωγή:

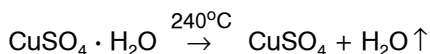
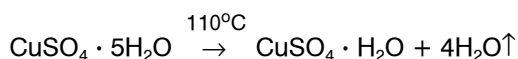


4.4.5 Ένυδρα άλατα.

1) Η γύψος με προοδευτική θέρμανση διασπάται κατά τις παρακάτω αντιδράσεις χάνοντας τα κρυσταλλικά της νερά:



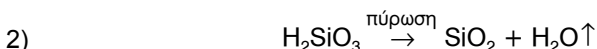
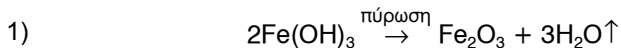
2) Η γαλαζόπετρα επίσης θερμαινόμενη απαλλάσσεται από τα κρυσταλλικά της νερά με σύγχρονη μετατροπή του χρώματός της από μπλε σε λευκό:



4.4.6 Ενώσεις με χημικά ενωμένα νερά.

Το νερό, το οποίο είναι χημικά ενωμένο με τα οξείδια των μετάλλων (βαρέων) ή αμετάλλων, λέγεται **χημικά ενωμένο νερό**.

Οι ενώσεις αυτές (βάσεις ή οξέα) θερμαινόμενες ή πυρούμενες παρέχουν διάφορα προϊόντα, όπως δείχνουν οι παρακάτω χημικές αντιδράσεις:



4.5 Ξήρανση σωμάτων.

4.5.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

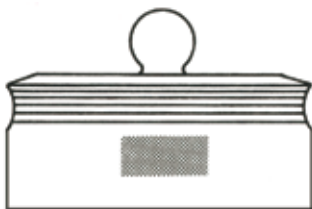
Τα διάφορα σώματα συγκρατούν στη μάζα τους μικρές ποσότητες νερού, το οποίο χαρακτηρίζεται ως υγρασία. Ο προσδιορισμός του ποσοστού της υγρασίας στο σώμα γίνεται στο εργαστήριο ξηραίνοντας καθορισμένη ποσότητα του σώματος σε **πυριατήριο** στους 105–110°C.

Η θερμοκρασία αυτή απαιτείται γιατί είναι λίγο ανώτερη από το σ.ζ. του νερού, οπότε η υγρασία μετατρέπεται σε υδρατμούς.

Το πυριατήριο (σχ. 4.5α) είναι ηλεκτρική συσκευή με χρονοδιακόπτη και εξωτερικό ενσωματωμένο θερμόμετρο με κλίμακα 0–250°C. Στον εσωτερικό χώρο υπάρχουν μεταλλικά ράφια, όπου τοποθετούνται τα προς ξήρανση υλικά μέσα σε **φιαλίδια ξηράνσεως** ή **ζυγίσσεως** (σχ. 4.5β).



Σχ. 4.5α.
Τύποι πυριατηρίων.



Σχ. 4.5β.
Φιαλίδιο ζυγίσεως.

4.5.2 Ξηραντικά μέσα.

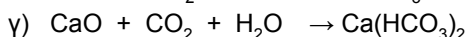
Ξηραντικά μέσα είναι διάφορα αντιδραστήρια, τα οποία έχουν την ιδιότητα να απορροφούν νερό ή να σχηματίζουν με αυτό κρυσταλλικές ένυδρες ενώσεις. Χρησιμοποιούνται ευρέως στο χημικό εργαστήριο μέσα στους ξηραντήρες για την απορρόφηση και τη συγκράτηση της υγρασίας.

Σήμερα τα σπουδαιότερα και πιο εύχρηστα ξηραντικά σώματα είναι:

- 1) Σίλικα ζελ (SiO_2) $\times$ H_2O .
- 2) CaCl_2 άνυδρο.
- 3) Σικόν = νεκρή γύψος = (άνυδρη γύψος = CaSO_4).
- 4) Πυκνό H_2SO_4 (συνήθως στα οργανικά παρασκευάσματα).
- 5) P_2O_5 .
- 6) CuSO_4 άνυδρο.
- 7) Νατράσβεστος $\text{CaO} + \text{NaOH}$.

α) Συμπεριφορά των ξηραντικών μέσων.

- 1) Το **σίλικα ζελ**, που είναι διαποτισμένο με χλωριούχο κοβάλτιο CoCl_2 (μπλε), όταν κορεσθεί από την υγρασία αλλάζει χρώμα και από μπλε γίνεται ελαφρά ροζ. Η αλλαγή χρώματος οφείλεται στη μετατροπή του CoCl_2 σε $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, πράγμα που συμβαίνει μετά τον κορεσμό του σίλικα ζελ με νερό. Αυτό ξηραίνεται σε θερμοκρασία 105°C αναγεννάζεται και ξαναχρησιμοποιείται.
- 2) Το **CaCl_2** , όταν απορροφήσει υγρασία από στερεό σώμα, μεταβάλλεται σε πυκνόρρευστο υγρό. Αυτό δεν αναγεννάζεται, αλλά αντικαθίσταται με νέο άνυδρο χλωριούχο ασβέστιο.
- 3) Η **άνυδρη γύψος CaSO_4** απορροφά υγρασία και σχηματίζει κρυσταλλική ένωση του τύπου $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- 4) Ο **θειικός χαλκός CuSO_4** απορροφά και σχηματίζει με την υγρασία τον ένυδρο $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (γαλαζόπετρα), ενώ συγχρόνως από λευκό σώμα γίνεται μπλε.
- 5) Επίσης ένα άλλο ξηραντικό μέσο είναι το μείγμα CaO και NaOH , καλούμενο **νατράσβεστος**. Αυτό, εκτός από την υγρασία, μπορεί να απορροφήσει και CO_2 μεταβαλλόμενο κατά τις χημικές αντιδράσεις σε Na_2CO_3 και CaCO_3 .



Άσκηση 1η

4.6 Ξήρανση στερεών σωμάτων–Προσδιορισμός υγρασίας σε δείγμα άμμου.

4.6.1 Σκοπός.

Η εξοικείωση των μαθητών με τα εργαστηριακά όργανα–συσκευές και η εκμάθηση της τεχνικής του προσδιορισμού της υγρασίας.

4.6.2 Απαιτούμενα όργανα και υλικά.

- | | |
|-----------------------|----------------------------|
| 1) Ζυγός αναλυτικός. | 5) Φιαλίδιο ξηράνσεως. |
| 2) Πυριατήριο. | 6) Δείγμα άμμου ή αργίλου. |
| 3) Ξηραντήρας. | 7) Μεταλλική λαβίδα. |
| 4) Σπαθίδα μεταλλική. | |

4.6.3 Εκτέλεση εργασίας.

- 1) Σε προξηραμένο και προζυγισμένο φιαλίδιο (με εσφυρισμένο πώμα) ζυγίζουμε ποσότητα άμμου 2–3 g.
- 2) Το μεταφέρουμε στο πυριατήριο και σε θερμοκρασία 105–110°C. Χρόνος παραμονής στη θερμοκρασία αυτή 1–3 ώρες.
- 3) Μετά την παρέλευση του χρονικού διαστήματος (ο χρόνος καθορίζεται ανάλογα με την υφή του υλικού), με τη βοήθεια της λαβίδας μεταφέρουμε και τοποθετούμε το δείγμα στον ξηραντήρα, μέχρις ότου η θερμοκρασία του γίνει η ίδια με του περιβάλλοντος.
- 4) Μετά την ψύξη $\frac{3}{4}$ της ώρας ζυγίζουμε το φιαλίδιο με το δείγμα. Αυτό επαναλαμβάνεται (ξηράνση–ζύγιση) μέχρι σταθερού βάρους.

4.6.4 Υπολογισμοί.

Βάρος φιαλιδίου και άμμου	α g
Βάρος φιαλιδίου κενού	β g
Βάρος άμμου	(α–β) g
Βάρος φιαλιδίου + άμμου μετά την ξήρανση	γ g
Βάρος υγρασίας (απώλεια) δείγματος	(α–γ) g

$$\text{άρα υγρασία \%} = \frac{(α - γ) \times 100}{(α - β)} \text{ g}$$

4.6.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Ο χρόνος απαλλαγής ενός υλικού από την υγρασία που περιέχει κατά την ξήρανση (χρόνος παραμονής) ποικίλλει γιατί εξαρτάται:
 - α) Από το ποσοστό της υγρασίας του υλικού.
 - β) Από το μέγεθος και την υφή των κόκκων.
 - γ) Από το βάρος του προς ξήρανση υλικού.
 - δ) Από την ελεύθερη επιφάνειά του.
- 2) Το φιαλίδιο παραμένει στο πυριατήριο χωρίς το πώμα του, το οποίο όμως τοποθετείται δίπλα του για ξήρανση.
- 3) Το φιαλίδιο παραμένει στον ξηραντήρα και στο ζυγό μαζί με το πώμα του.

Άσκηση 2η

4.7 Προσδιορισμός μορίων κρυσταλλικού νερού ($\text{CuSO}_4 \cdot x \text{H}_2\text{O}$).

4.7.1 Απαραίτητα όργανα: Βλέπε παράγρ. 4.6.1.

4.7.2 Εκτέλεση εργασίας.

- 1) Σε προζυγισμένο χωνευτήριο ή φιαλίδιο ζυγίσεως φέρονται 1–2 g γαλαζόπετρας. Η ζύγιση πρέπει να είναι ακριβής με αναλυτικό ηλεκτρικό ζυγό (0,1 mg).
- 2) Το φιαλίδιο παραμένει στο πυριατήριο στους 240–250°C για 4 ώρες τουλάχιστον.
- 3) Μετά την παραμονή του αυτή στο πυριατήριο και εφόσον οι μπλε κόκκοι του ένυδρου άλατος έχουν γίνει λευκοί, μεταφέρεται σκεπασμένο στον ξηραντήρα.
- 4) Ζυγίζεται και από τα διάφορα βάρη υπολογίζουμε την απώλεια σε κρυσταλλικό νερό, όπως στην παράγραφο 4.6.3 (προσδιορισμός υγρασίας).

4.7.3 Υπολογισμοί.

Έστω ότι η απώλεια είναι για 1g ένυδρου άλατος 0,36 g κρυσταλλικού νερού:
 $1,00 - 0,36 = 0,64$ g το άνυδρο άλας: Άρα

Τα 0,64 g άνυδρου ενώνονται με 0,36 g νερού

Τα 159 (1 mol άνυδρου) x ;

$$x = 89,44 \text{ g νερού}$$

Το 1 mol = 159 g άνυδρου απαιτεί 89,44 g νερού

και 1 mol νερού 18 g

x ; 19,44

$$x = 4,96 \approx 5 \text{ μόρια νερού}$$

Συνεπώς ο χημικός τύπος του ένυδρου θειικού χαλκού (γαλαζόπετρας) είναι $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Παρατηρήσεις.

- 1) Το κρυσταλλικό νερό συμβάλλει στο σχηματισμό ενύδρων κρυσταλλικών ενώσεων, π.χ. $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ κ.λ.π..
- 2) Η συμβολή αυτή γίνεται με καθορισμένο αριθμό μορίων νερού για κάθε μόριο χημικής άνυδρης ενώσεως.

Ασκήσεις.

- 1) Με πόσα μόρια νερού σχηματίζεται η ένυδρη σόδα, αν 10 g της μετά από θέρμανση χάνουν 6,29 g κρυσταλλικού νερού;
- 2) Ο ένυδρος θειικός ψευδάργυρος βρέθηκε ότι περιέχει 43,9% κρυσταλλικό νερό. Να υπολογισθεί ο αριθμός μορίων του νερού, τα οποία είναι ενωμένα με ένα μόριο άνυδρου άλατος (ZnSO_4).

Άσκηση 3η

4.8 Προσδιορισμός του χημικά ενωμένου νερού.

Ο προσδιορισμός αυτός ακολουθεί τα ίδια στάδια εργασίας με εκείνα της παραγράφου 4.7, με τη διαφορά ότι απαιτείται υψηλή θερμοκρασία διασπάσεως 800–1000°C. Γι' αυτό χρησιμοποιείται το ηλεκτρικό καμίνι.

Λεπτομερέστερα θα ασχοληθούμε στην ποσοτική ανάλυση των πυριτικών.

4.9 Πύρωση ασβεστολίθου – Έλεγχος ασβεστοποίησης.

4.9.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση της αποδόσεως της διασπάσεως σε οξείδια του ασβεστίου (ασβέστης) και ο έλεγχος της καθαρότητας του ασβεστολίθου.

4.9.2 Απαραίτητα όργανα και συσκευές.

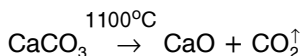
- 1) Ζυγός.
- 2) Καμίνι.
- 3) Χωνευτήριο πορσελάνης.

4.9.3 Εκτέλεση εργασίας.

- 1) Ζυγίζουμε 1–2 g σκόνης μαρμάρου σε χωνευτήριο πορσελάνης.
- 2) Πυρώνουμε επί 1 ώρα στους 1100–1200°C σε ηλεκτρικό καμίνι.
- 3) Με μεταλλική λαβίδα τοποθετούμε το πυρωμένο πια χωνευτήριο σε ξηραντήρα και το αφήνουμε επί 15 min.
- 4) Ζυγίζουμε και έχουμε το βάρος του παραγομένου CaO.

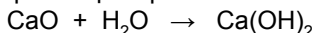
4.9.4 Υπολογισμός.

Από τη διαφορά βάρους (ασβεστόλιθος – CaO) βρίσκουμε την απώλεια, που οφείλεται στο εκλυόμενο CO₂ και την καθαρότητα του χρησιμοποιημένου μαρμάρου ή ασβεστολίθου σε καθαρό CaCO₃ επί τοις % με βάση την αντίδραση:

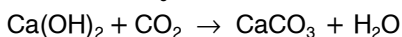


Η μετατροπή του ασβεστολίθου σε ασβέστη ελέγχεται:

- 1) Με διαβροχή του CaO, οπότε αυτό διογκώνεται με σύγχρονη έκλυση ποσού θερμότητας.
- 2) Με την προσθήκη ποσότητας νερού σχηματίζεται η υδράσβεστος (υδροξείδιο του ασβεστίου), κατά την αντίδραση:



- 3) Αν στο διάλυμα σβησμένης ασβέστου προσθέσουμε σταγόνες δείκτη φαινοolphθαλεΐνης, το διάλυμα θα χρωματισθεί κόκκινο, επειδή το περιβάλλον (pH) του διαλύματος είναι βασικό.
- 4) Αν στο διάλυμα της βάσεως Ca(OH)₂ διοχετεύσουμε CO₂ θα σχηματισθεί ίζημα λευκό από τη δημιουργία CaCO₃:



ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΠΕΜΠΤΟ

ΔΙΗΘΗΣΗ

5.1 Γενικές πληροφορίες.

Διήθηση είναι η μέθοδος διαχωρισμού στερεού από υγρό. Βασίζεται στη μη διέλευση των στερεών διά μέσου των πόρων του ηθμού. Τα ιζήματα συγκρατούνται επάνω σε ειδικό πορώδες χαρτί τοποθετημένο σε γυάλινο χωνί (σχ. 5.1), που επιτρέπει να περάσει το διάλυμα. Το υγρό που διαπερνά το χαρτί, διαυγές πια, λέγεται **διήθημα** και το ειδικό χαρτί **διηθητικό χαρτί**.

Το διηθητικό χαρτί αποτελείται από ίνες καθαρής κυτταρίνης και είναι ανθεκτικό στην επίδραση διαλυμάτων των αντιδραστηρίων (αραιών οξέων και βάσεων) και δεν αντέχει στην επίδραση πυκνών οξέων και βάσεων.

Ανάλογα με το μέγεθος του ιζήματος που σχηματίζεται είναι απαραίτητο να εκλέξουμε και τον αντίστοιχο ηθμό για τη διήθηση, όπως:

- 1) **Πολύ μαλακό ή μελανής ταινίας** (για μεγαλοκρυσταλλικά ιζήματα).
- 2) **Μαλακό ή λευκής ταινίας** ή χαρτί **οξαλικού ασβεστίου**.
- 3) **Σκληρό ή κυανής ταινίας** ή **θειικού βαρίου** (για μικροκρυσταλλικά ιζήματα, π.χ. BaSO_4 , PbSO_4).



Σχ. 5.1.
Κοινό χωνί.

5.2 Καταβύθιση – Ίζημα – Διήθημα.

Μία από τις χημικές διεργασίες είναι η μετατροπή μιας ουσίας που βρίσκεται διαλυμένη σε ένα διάλυμα, σε άλλη ουσία αδιάλυτη. Η διεργασία αυτή καλείται **καταβύθιση** και επιτυγχάνεται με την προσθήκη στο διάλυμα ενός άλλου διαλύματος, το οποίο καλείται αντιδραστήριο και είναι καθορισμένο για κάθε περίπτωση καταβύθισης.

Το αδιάλυτο σώμα που σχηματίζεται καλείται **ίζημα** ή **υπόσθημα**.

Σκοπός της καταβύθισης είναι:

- 1) Να ελέγξουμε ποιοτικά το διάλυμα, αν περιέχει δηλαδή ορισμένα σώματα. Αυτό γίνεται με την προσθήκη αντιδραστηρίου στο διάλυμα, οπότε παρατηρούμε αν σχηματίζεται ίζημα ή όχι. Οι εργασίες εκτελούνται σε δοκιμαστικούς σωλήνες, όπου όγκος 1–3 ml διαλύματος είναι αρκετός για παρασκευή ιζήματος. Το αντιδραστήριο προστίθεται σε ίσο όγκο με το διάλυμα.
- 2) Να αποχωρίσουμε διαλυμένα σώματα. Είναι απαραίτητο πολλές φορές να διαχωρίσουμε το ίζημα από το υπόλοιπο διάλυμα και να το περισυλλέξουμε. Στην περίπτωση αυτή οι εργασίες εκτελούνται σε ποτήρια ζέσεως και το αντιδραστήριο προστίθεται λίγο–λίγο κατά μήκος των εσωτερικών τοιχωμάτων του ποτηριού (αποφυγή εκτινάξεων του υγρού), ενώ ταυτόχρονα αναδεύουμε το διάλυμα με γυάλινη ράβδο.

Τα ιζήματα που σχηματίζονται κατά την καταβύθιση είναι είτε **κρυσταλλικά** είτε **πηγματώδη**.

Μετά την καταβύθιση του ιζήματος, το διαχωρίζουμε από το υπόλοιπο διάλυμα και το εκπλένουμε για να απαλλαγεί από το διάλυμα, με το οποίο είναι διαποτισμένο. Έτσι παίρνουμε τελικά το ίζημα καθαρό. Ως υγρό εκπλύσεως χρησιμοποιείται νερό που περιέχει μικρή ποσότητα (1%) από το αντιδραστήριο καταβύθισης.

5.2.1 Πρόχειρος τρόπος διαχωρισμού στερεού από υγρό.

Απόχυση.

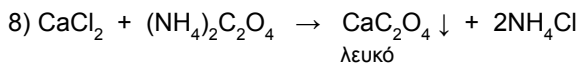
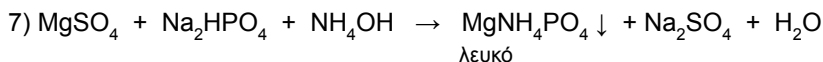
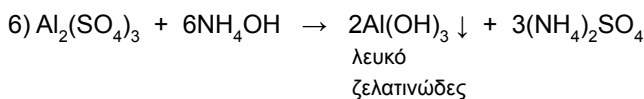
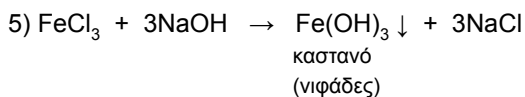
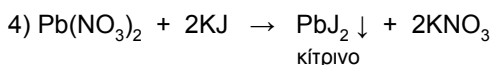
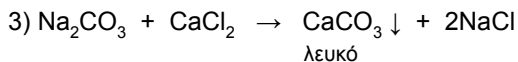
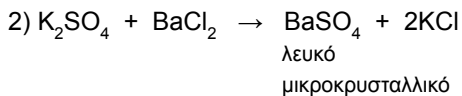
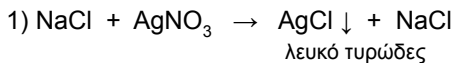
Είναι μέθοδος διαχωρισμού ιζημάτων. Χρησιμοποιείται κυρίως για κρυσταλλικά ιζήματα, όχι για πηγματώδη.

Αφήνουμε το ποτήρι ζέσεως, στο οποίο έγινε η καταβύθιση, σε ηρεμία, οπότε το ίζημα συγκεντρώνεται στον πυθμένα. Χύνουμε ήρεμα το υγρό που είναι επάνω από το ίζημα με τη βοήθεια γυάλινης ράβδου, ώστε να μην παρασυρθεί και ίζημα μαζί με το διάλυμα.

Η μέθοδος αποχύσεως [μετά τη διάγνωση του υγρού που βρίσκεται επάνω από το ίζημα (after decantation)], χρησιμοποιείται σε όλα τα ιζήματα, είτε κρυσταλλικά είτε πηγματώδη, δηλαδή κροκιδωμένα κολλοειδή, και έχει ως σκοπό τη διευκόλυνση της εκπλύσεως. Η μέθοδος της αποχύσεως χρησιμοποιείται όταν το ε.β. του στερεού είναι μεγάλο και δεν ενδιαφερόμαστε για ακρίβειες.

5.2.2 Παραδείγματα.

Μερικά αντιπροσωπευτικά παραδείγματα χημικών αντιδράσεων που σχηματίζουν ιζήματα διαφόρων τύπων είναι:



5.3 Διήθηση με χωνί ταχείας διηθήσεως.

Χρησιμοποιούνται χωνιά με μακρύ στέλεχος εκροής και μικρή διάμετρο (σχ. 5.3). Η κατασκευή τους, λόγω τριχοειδών φαινομένων, διευκολύνει την ταχεία δίοδο του διηθήματος.



Σχ. 5.3.
Χωνί ταχείας διηθήσεως.

Χρησιμοποιούνται στην ποσοτική ανάλυση, όπου κατεργαζόμαστε μικρούς σχετικά όγκους ιζημάτων. Μετά τη διήθηση πρέπει να ξεπλυθούν πολύ καλά.

5.4 Διήθηση με ηθμό Gooch.

Όταν τα ιζήματα μετά τη διήθησή τους δεν απαιτούν θέρμανση μεγαλύτερη από 200–300°C, χρησιμοποιούνται ειδικά γυάλινα χωνευτήρια (ή πορσελάνινα) με πορώδη πυθμένα που καλούνται **γυάλινοι ηθμοί** (σχ. 5.4).

Για τα ιζήματα όμως που, μετά τη διήθηση, θέλουν πύρωση σε υψηλές θερμοκρασίες, χρησιμοποιούνται χωνευτήρια Gooch. Αυτά είναι από πορσελάνη με διάτρητο πυθμένα, επάνω στον οποίο τοποθετείται ηθμός από στρώμα αμιάντου.



Σχ. 5.4.
Γυάλινος ηθμός Gooch.

5.5 Διήθηση υπό κενό με χωνί Buchner.

5.5.1 Γενικές πληροφορίες.

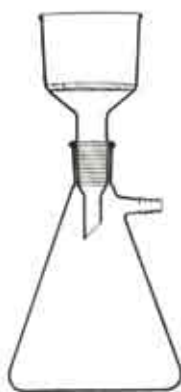
Τα χωνιά Buchner (σχ. 5.5) είναι από πορσελάνη και φέρουν επίπεδη διάτρητη πλάκα.

Για να τα χρησιμοποιήσουμε τα προσαρμόζουμε στη **συσκευή κενού** [σχ. 5.5 (γ)] τοποθετώντας στη διάτρητη πλάκα κυκλικό κομμάτι από διηθητικό χαρτί έτσι, ώστε να καλύπτει τις τρύπες της πλάκας και να είναι τελείως απλωμένο. Προσθέτουμε νερό και δημιουργούμε κενό ανοίγοντας τη βρύση νερού, οπότε το διηθητικό χαρτί προσκολλάται τελείως στην πλάκα. Το κενό κατά τη διήθηση αυτή δεν πρέπει να διακοπεί, γιατί υπάρχει κίνδυνος να αποκολληθεί ο ηθμός από τη διάτρητη πλάκα (μέρος του ιζήματος μπορεί να περάσει από το χωνί).

Αυτός ο τρόπος διηθήσεως δεν χρησιμοποιείται για ποσοτικές αναλύσεις, γιατί υπάρχει κίνδυνος διαφυγής ιζήματος. Η διήθηση υπό κενό χρησιμοποιείται κυρίως όταν έχουμε μεγάλο όγκο παρασκευάσματος (στερεού).



α



β



γ

Σχ. 5.5.

α) Χωνί Buchner. β) Εφαρμογή χωνιού Buchner σε φιάλη κενού.
 γ) Σύστημα δημιουργίας κενού.

Άσκηση 1η

5.5.2 Απαιτούμενα όργανα.

- | | |
|------------------------|------------------------------------|
| 1) Κωνική φιάλη κενού. | 4) Χωνί Buchner. |
| 2) Υδραντλία κενού. | 5) Τεμάχιο ελαστικού σωλήνα κενού. |
| 3) Γυάλινος ηθμός. | 6) Τεμάχια ηθμού. |

5.5.3 Απαιτούμενα αντιδραστήρια.

- 1) Διάλυμα FeCl_3 .
- 2) Διάλυμα NH_4OH .

5.5.4 Εκτέλεση εργασίας.

- 1) Προσαρμογή του χωνιού Buchner ή του γυάλινου ηθμού στο στόμιο της κωνικής φιάλης κενού.
- 2) Σύνδεση του κρουνού με την υδραντλία.
- 3) Σύνδεση της υδραντλίας με ελαστικό σωλήνα κενού στο πλευρικό στόμιο της κωνικής φιάλης.
- 4) Τοποθέτηση του ηθμού επί του χωνιού Buchner (προκειμένου περί διηθήσεως).
- 5) Σχηματισμός κενού με τη σύνδεση υδραντλίας–βρύσης.
- 6) Διήθηση του ιζήματος $\text{Fe}(\text{OH})_3$ που σχηματίσθηκε.
- 7) Αποσύνδεση του σωλήνα κενού από το στόμιο της φιάλης κενού.
- 8) Κλείσιμο της βρύσης.

5.5.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Η διήθηση με χωνί Buchner είναι χρήσιμη για οργανικά συνήθως παρασκευάσματα και όχι για ποσοτικές αναλύσεις (κίνδυνος διαφυγής ιζήματος).
- 2) Το κενό κατά τη διήθηση αυτή δεν πρέπει να διακοπεί (κίνδυνος αποκολλήσεως του ηθμού από τη διάτρητη πλάκα).
- 3) Οι διηθήσεις με γυάλινους ηθμούς χρησιμοποιούνται για ιζήματα, τα οποία απαιτούν θέρμανση αποκλειστικά μέχρι $200\text{--}300^\circ\text{C}$.
- 4) Όταν θέλουμε να επιτύχουμε διήθηση, της οποίας το ίζημα θα πυρωθεί σε υψηλή θερμοκρασία, τότε χρησιμοποιούμε στη συσκευή κενού χωνευτήριο Gooch.

5.6 Φυγοκέντρωση.

Η μέθοδος αυτή διαχωρισμού στερεού από υγρό χρησιμοποιείται όταν:

- 1) Τα ιζήματα έχουν μικρούς κόκκους, οπότε περνούν ακόμη και από σκληρό ηθμό (διήθηση).
- 2) Έχουμε μικρούς όγκους υγρών και δεν επιθυμούμε να χάσουμε όγκο διαλύματος.

Το όργανο που χρειάζεται λέγεται **φυγόκεντρος** (σχ. 5.6). Έχει έναν κατακόρυφο άξονα, επάνω στον οποίο είναι προσαρμοσμένες 4–8 συνήθως μεταλλικές υποδοχές

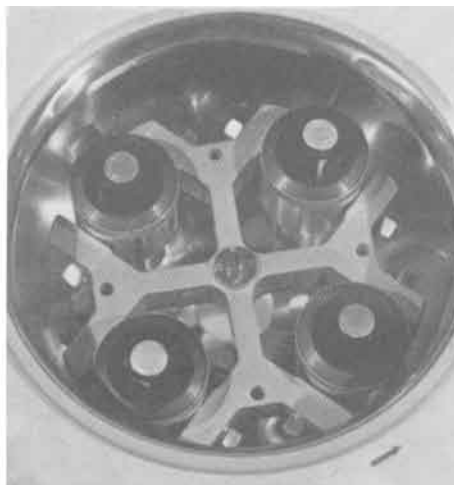
για ειδικούς σωλήνες γυάλινους και μπορεί να περιστρέφεται με μεγάλη ταχύτητα (μέχρι 6000 στροφές ανά λεπτό).

Το διάλυμα σε όλους τους γυάλινους υποδοχείς πρέπει να φθάνει στο ίδιο ύψος, ώστε οι υποδοχείς να είναι ισοβαρείς και να εξασφαλίζεται η ισορροπία της φυγοκεντρίσεως.

Με τη φυγοκέντρωση το ίζημα κολλάει τελείως στον πυθμένα των σωλήνων οπότε με απόχυση παίρνουμε διαυγές διάλυμα.



α



β

Σχ. 5.6.

α) Φυγοκεντρική συσκευή. β) Κεφαλή φυγοκεντρικής συσκευής.

5.7 Διαχωρισμός με διαχωριστική χοάνη.

Για να διαχωρίσουμε δύο υγρά που δεν αναμειγνύονται, χρησιμοποιούμε ειδικά γυάλινα όργανα που λέγονται **διαχωριστικές χοάνες** (σχ. 5.7). Έχουν επιμήκεις σχήμα και φέρουν κάτω στρόφιγγα και επάνω πώμα με εσμύρισμα.

Η λειτουργία της είναι απλή. Τοποθετούμε το μείγμα των υγρών και αφήνουμε τη χοάνη κατακόρυφα (σε σιδερένιο δακτύλιο) σε ηρεμία, ώσπου τα δύο υγρά να διαχωρισθούν σε **δύο στιβάδες**.

Το υγρό με το μεγαλύτερο ειδικό βάρος καταλαμβάνει την κάτω στιβάδα. Βάζουμε καθαρό υποδοχέα, αφαιρούμε το πώμα και ανοίγουμε τη στρόφιγγα, ώστε να εκρεύσει το υγρό της κάτω στιβάδας. Κλείνουμε τη στρόφιγγα και βάζουμε άλλον υποδοχέα, για το υγρό της δεύτερης στιβάδας.

Η διαχωριστική χοάνη χρησιμοποιείται συνήθως για εκχύλιση, δηλαδή διάλυση ουσιών σε οργανικό διαλύτη (π.χ. αιθέρα) που είναι διαλυμένες μεν σε υδατικά διαλύματα, αλλά διαλύονται πιο πολύ στον αιθέρα, ο οποίος δεν αναμειγνύεται με το νερό.



Σχ. 5.7.
Διαχωριστικές χοάνες.

Άσκηση 2η

5.8 Φυγοκέντρωση διαλύματος και ιζήματος που έχει καταβυθισθεί.

5.8.1 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

- 1) Φυγόκεντρος.
- 2) Γυάλινοι υποδοχείς.
- 3) Καταβυθισθέν ιζημα BaSO_4 .

5.8.2 Εκτέλεση εργασίας.

- 1) Ανοίγουμε τη φυγόκεντρο και τοποθετούμε τους υποδοχείς της.
- 2) Μεταφέρουμε μέσα στους γυάλινους υποδοχείς τον ίδιο όγκο υγρού σε όλους.
- 3) Κλείνουμε τη φυγόκεντρο και τη θέτουμε σε λειτουργία.
- 4) Στρέφουμε το διακόπτη προοδευτικά και όχι απότομα.
- 5) Οι στροφές της φυγοκέντρου είναι καθορισμένες για κάθε είδος ιζήματος.
- 6) Ρυθμίζουμε έπειτα με ειδικό διακόπτη το χρόνο λειτουργίας της.
- 7) Όταν σταματήσει η φυγόκεντρος και αν το ίζημα έχει συσσωματωθεί στον πυθμένα των υποδοχέων, λαμβάνουμε τον υποδοχέα και με απόχυση συγκρατούμε το εκχύλισμα (υγρό) ή το ίζημα του BaSO_4 .

5.8.3 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Η μέθοδος της φυγοκεντρίσεως χρησιμοποιείται όταν:
 - α) Το ίζημα έχει κόκκους με μικρή διάμετρο, οι οποίοι διέρχονται διά του σκληρού ηθμού (διήθηση).
 - β) Δεν επιθυμούμε να χάσουμε όγκο διαλύματος (αποφεύγεται η απώλεια όγκου του υγρού).
- 2) Όταν η φυγόκεντρος λειτουργεί δεν ανοίγουμε ποτέ το πώμα της (κάλυμμα).
- 3) Οι υποδοχείς κατά τη φυγοκέντρωση, πρέπει να είναι ισοβαρείς, ώστε να εξασφαλίζεται έτσι η ισορροπία της.

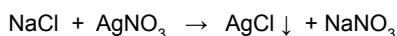
Άσκήσεις για το σχηματισμό ιζήματος.

Άσκηση 1η.

2 g NaCl διαλύονται στο νερό. Στο διάλυμα αυτό προστίθενται 1,3 g AgNO_3 . Ποιο είναι το βάρος του σχηματιζόμενου ιζήματος; (Α.Β. $\text{Ag} = 108$, $\text{Na} = 23$, $\text{Cl} = 35,5$, $\text{N} = 14$, $\text{O} = 16$).

Λύση.

Στο σχηματισμό του ιζήματος (AgCl) λαμβάνει μέρος η αντίδραση καταβυθίσεως:



Από τα δύο δεδομένα θα υπολογίσουμε ποιο σώμα βρίσκεται σε περίσσεια:

Τα 58,5 g NaCl αντιδρούν με 170 g AgNO_3

_____ x ; _____ 1,3 g

$$x = \frac{58,5 \times 1,3}{170} = 0,44 \text{ g NaCl}$$

Συνεπώς το NaCl βρίσκεται σε περίσσεια και από τα 2 g λαμβάνουν μέρος, με την επίδραση των 1,3 g AgNO_3 , τα 0,44 g. Το βάρος του σχηματιζομένου ιζήματος είναι:

$$\begin{array}{rcl} \text{Τα } 170 \text{ g AgNO}_3 \text{ παρέχουν} & 143,5 \text{ g AgCl} \\ \hline 1,3 \text{ g} & x ; \end{array}$$

$$x = \frac{143,5 \times 1,3}{170} = 1,09 \text{ g AgCl}$$

Άσκηση 2η.

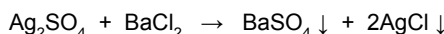
Αναμειγνύονται διαλύματα Ag_2SO_4 και BaCl_2 . Ποιο είναι το βάρος του σχηματιζομένου ιζήματος, μετά από ξήρανση, δοθέντος ότι το διάλυμα του Ag_2SO_4 περιείχε 3,12 g καθαρού αλάτος;

(Ag = 108, Ba = 137, S = 32, O = 16, Cl = 35,5).

Λύση.

Κατά την ανάμειξη των δύο διαλυμάτων λαμβάνει χώρα αντίδραση, η οποία σχηματίζει δύο διαφορετικά ιζήματα. ($\text{Ag}_2\text{SO}_4 + \text{BaCl}_2 \rightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow + 2\text{AgCl} \downarrow$).

Βάσει λοιπόν των δεδομένων έχουμε:



$$\begin{array}{rcl} \text{Τα } 312 \text{ g παρέχουν} & 233 \text{ g και } 2 \times 143,5 \text{ g ιζήματος} \\ \hline 3,12 \text{ g} & x1 ; \quad x2 ; \end{array}$$

$$x1 = \frac{233 \times 3,12}{312} = 2,33 \text{ g BaSO}_4$$

$$x2 = \frac{2 \times 143,5 \times 3,12}{312} = 3,84 \text{ g AgCl}$$

Βάρος σχηματιζομένου ιζήματος:

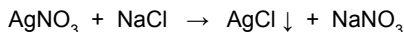
$$x1 + x2 = \text{BaSO}_4 + \text{AgCl} = 2,33 + 2,84 = 5,27 \text{ g}$$

Άσκηση 3η.

Σε δύο ποτήρια ζέσεως περιέχονται ανά 1,36 g AgNO_3 . Στο ένα προστίθεται 0,468 g και στο άλλο 0,6 g NaCl. Ποιο είναι το βάρος του σχηματιζομένου ιζήματος σε κάθε ποτήρι;

Λύση.

Κατά την προσθήκη των δύο διαφορετικών ποσοτήτων του NaCl λαμβάνει χώρα η εξής αντίδραση καταβυθίσεως:



$$\begin{array}{rcl} \text{Τα } 170 \text{ g AgNO}_3 \text{ απαιτούν} & 58,5 \text{ g NaCl} \\ \hline 1,36 & x ; \end{array}$$

$$x = 0,468 \text{ g}$$

Συνεπώς στο ένα ποτήρι υπάρχει περίσσεια NaCl (0,6 g). Προφανώς και στα δύο ποτήρια θα καταβυθιστεί η ίδια ποσότητα ιζήματος.

$$\begin{array}{rcl} \text{Τα } 58,5 \text{ g NaCl καταβυθίζουν} & 143,5 \text{ g AgCl} \\ \hline 0,468 & x ; \end{array}$$

$$x = 1,148 \text{ g}$$

Ασκήσεις χωρίς λύση.

- 1) Σε 10 cm^3 διαλύματος Na_2SO_4 προσθέτομε περίσσεια διαλύματος BaCl_2 . Το λαμβανόμενο ίζημα μετά από ξήρανση ζυγίζει $2,33\text{ g}$. Να υπολογισθεί το βάρος του περιεχομένου Na_2SO_4 σε 1 λίτρο διαλύματός του (Α.Β. $\text{Ba} = 137$, $\text{S} = 32$, $\text{O} = 66$, $\text{Cl} = 35,5$).
- 2) Κατά τη διαβίβαση H_2S σε διάλυμα που περιέχει $1,2\text{ g}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ καταβυθίζεται μαύρο ίζημα από $0,475\text{ g}$. Ποιος ο όγκος του χρησιμοποιηθέντος H_2S σε Κ.Σ.; (Α.Β. $\text{Pb} = 207$, $\text{S} = 32$, $\text{N} = 14$, $\text{O} = 16$).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΚΤΟ

ΕΞΑΕΡΩΣΗ

6.1 Γενικές πληροφορίες.

Εξαέρωση ονομάζουμε τη μετάβαση ενός σώματος από την υγρή κατάσταση στην αέρια. Κατά την εξαέρωση το παραγόμενο αέριο, που συνήθως είναι αόρατο, ονομάζουμε **ατμό**.

Η εξαέρωση μπορεί να γίνει με δύο τρόπους:

- 1) Με βρασμό.
- 2) Με εξάτμιση.

Ο **βρασμός** επεκτείνεται σε ολόκληρη τη μάζα του υγρού με τη βοήθεια της θερμότητας.

Η **εξάτμιση** πραγματοποιείται στην ελεύθερη επιφάνεια του υγρού και σε οποιαδήποτε θερμοκρασία.

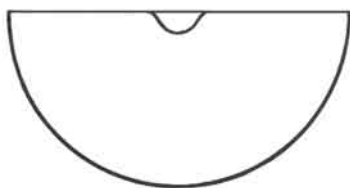
Πολλά διαλύματα τα εξατμίζουμε στο χημικό εργαστήριο. Κατά την εξάτμισή τους ελαττώνεται ο όγκος τους με αποτέλεσμα την επί % αύξηση του σώματος που είναι διαλυμένο σ' αυτά. Όταν συνεχισθεί η εξάτμιση, τότε απομακρύνεται εντελώς το διαλυτικό μέσο και το αρχικά διαλυμένο σώμα απομένει σε στερεή κατάσταση. Το στερεό αυτό σώμα λέγεται **στέρεο υπόλειμμα** και η διαδικασία καλείται **εξάτμιση μέχρι ξηρού**.

Για να συντομευθεί ο χρόνος εξατμίσεως πρέπει να τηρούνται ορισμένοι όροι, όπως:

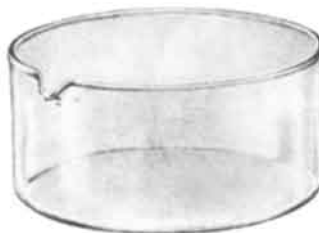
- 1) Η θέρμανση του διαλύματος να πραγματοποιείται σε θερμοκρασία που να πλησιάζει τη θερμοκρασία του σ.ζ. του διαλυτικού μέσου.
- 2) Η ταχύτητα εξατμίσεως να είναι μεγαλύτερη όσο μεγαλύτερο είναι το εμβαδόν της ελεύθερης επιφάνειας του διαλύματος.
Όργανα χρήσιμα για την εξάτμιση είναι αυτά που έχουν μεγάλη διάμετρο και χαμηλό ύψος, όπως οι **κάψες** και τα **κρυσταλλωτήρια** (σχ. 6.1α).
- 3) Να απορροφούνται τα αέρια εξατμίσεως από το χώρο, ώστε να μην προκαλείται κορεσμός, με αποτέλεσμα την επιβράδυνση της εξατμίσεως. Κατά την εξάτμιση πρέπει να χρησιμοποιείται ο **απαγωγός**.

Για την εξάτμιση των υδατικών διαλυμάτων χρησιμοποιούνται ειδικές συσκευές που ονομάζονται **ατμόλουτρα**. Είναι μεταλλικά δοχεία που συνήθως θερμαίνονται ηλεκτρικά. Σ' αυτά προσθέτουμε νερό της βρύσης και το θερμαίνουμε. Οι υδρατμοί που σχηματίζονται θερμαίνουν το διάλυμα που πρόκειται να εξατμίσομε. Η θερμοκρασία που επικρατεί στο ατμόλουτρο είναι γύρω στους 100°C.

Τα ατμόλουτρα είναι **ατομικά**, δηλαδή με μία θέση, και **ομαδικά**, δηλαδή με πολλές θέσεις (σχ. 6.1β).



α



β

Σχ. 6.1α.

α) Κάψα πορσελάνης. β) Κρυσταλλωτήριο.



α



β



Σχ. 6.1β.

α) Υδρόλουτρο και ατμόλουτρα με υποδοχές δοκιμαστικών σωλήνων και σύγχρονο ατμόλουτρο. β) Ατμόλουτρο μιας θέσεως και ατμόλουτρο ομαδικό.

Όταν για την εξάτμιση απαιτείται θερμοκρασία μεγαλύτερη από 100°C , τότε χρησιμοποιούμε ειδικές συσκευές που ονομάζονται **ελαιόλουτρα**. Αυτές είναι κάψες μεταλλικές ή από πορσελάνη που περιέχουν ορυκτέλαιο. Η θερμοκρασία κυμαίνεται γύρω στους 300°C .

Για θερμοκρασίες εξατμίσεως λίγο ανώτερες από 100°C χρησιμοποιούμε τα **αερόλουτρα**. Η θέρμανσή τους προέρχεται όχι κατευθείαν με φλόγα, αλλά με αέρα που προηγούμενως έχει θερμανθεί.

Όταν χρειάζονται ακόμη υψηλότερες θερμοκρασίες, χρησιμοποιούμε τα **αμμόλουτρα**. Είναι κυρίως μεταλλικές κάψες που περιέχουν άμμο και θερμαίνονται είτε με φλόγα είτε με ηλεκτρισμό. Η άμμος θερμαίνεται ομοιόμορφα και χρησιμοποιείται για θερμάνσεις ή για εξαχνώσεις στερεών σωμάτων (παράγρ. 6.4).

Υπάρχει επίσης και η **εξάτμιση με υπέρυθρη ακτινοβολία**. Πραγματοποιείται από μια ειδική λυχνία που εκπέμπει υπέρυθρη ακτινοβολία και περιβάλλεται εξωτερικά από τηγμένο χαλαζία. Η θερμότητα που παράγει είναι μεγάλη. Χρησιμοποιείται πάρα πολύ στα αναλυτικά εργαστήρια βιομηχανιών.

Άσκηση 1η

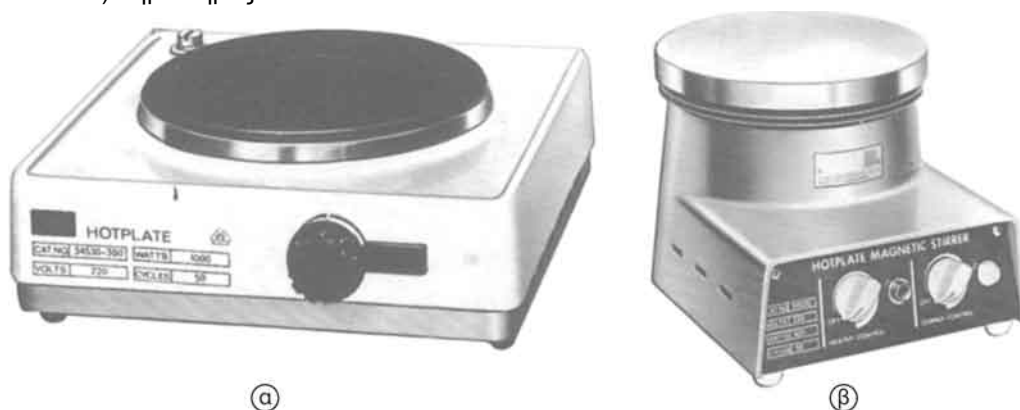
6.2 Εξάτμιση πόσιμου νερού.

6.2.1 Σκοπός.

Έλεγχος των διαλυμένων συστατικών στο πόσιμο νερό.

6.2.2 Απαραίτητα όργανα.

- 1) Ογκομετρικός κύλινδρος των 50 ml.
- 2) Κρυσταλλωτήριο.
- 3) Ζυγός ακριβείας.
- 4) Λύχνος Bunsen ή ηλεκτρική θερμαντική πλάκα (σχ. 6.2).
- 5) Πυριατήριο.
- 6) Ξηραντήρας.



Σχ. 6.2.

Ηλεκτρικές θερμαντικές πλάκες.
α) Απλή. β) Με μαγνητικό αναδευτήρα.

6.2.3 Τεχνική.

- 1) 25 ml πόσιμου νερού τοποθετούνται σε προζυγισμένο κρυσταλλωτήριο και εξατμίζονται μέχρι ξηρού. Στο κρυσταλλωτήριο θα παρατηρήσουμε διάφορα άλατα που παρέμειναν στα τοιχώματα και στον πυθμένα του.
- 2) Μεταφέρουμε το κρυσταλλωτήριο στο πυριατήριο και κατόπιν στον ξηραντήρα. Μετά την ψύξη του στη θερμοκρασία περιβάλλοντος το ζυγίζουμε. Έτσι μπορούμε να βρούμε τα συνολικά άλατα που υπάρχουν στο νερό της βρύσης.

6.3 Απόσταξη.

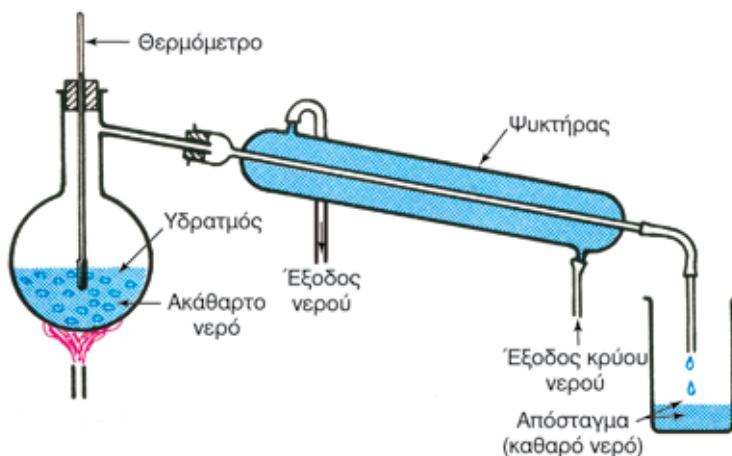
Η εξάτμιση του υγρού και η εκ νέου υγροποίησή του με τη βοήθεια ψύξεως καλείται απόσταξη.

6.3.1 Απλή απόσταξη.

Χρησιμοποιούμε τη μέθοδο αυτή όταν θέλουμε να καθαρίσουμε ένα υγρό από ξένα σώματα, τα οποία δεν αποσπάζουν μαζί (συναποσπάζουν). Τα όργανα που χρησιμοποιούμε στη διεργασία αυτή είναι:

- **Ο κλασματήρας** (σφαιρική φιάλη με πλευρικό σωλήνα).
- **Ο ψυκτήρας** (σωλήνας με διπλά τοιχώματα), στου οποίου το εξωτερικό τοίχωμα κυκλοφορεί ψυχρό νερό (σχ. 6.3).
- **Ο υποδοχέας** (συνήθως μια σφαιρική φιάλη ή ποτήρι).

Τοποθετούμε το υγρό που θα αποσπάζουμε στον κλασματήρα. Τον θερμαίνουμε και όταν η θερμοκρασία φθάσει στο σημείο ζέσεως του υγρού, τότε το υγρό αρχίζει να βράζει και έτσι οι παραγόμενοι ατμοί αναγκάζονται να περάσουν στον ψυκτήρα, όπου ψύχονται από το ψυχρό νερό και υγροποιούνται στον υποδοχέα. Πρέπει το νερό ψύ-



Σχ. 6.3.

Συσκευή αποστάξεως νερού.

ξεως να κυκλοφορεί συνέχεια για να απάγει τη μεγάλη θερμότητα. Επίσης οι συνδέσεις μεταξύ των οργάνων πρέπει να είναι αεροστεγείς, για να μην έχουμε απώλεια ατμών. Αυτό επιτυγχάνεται με φελλούς ή με όργανα που φέρουν εσμύρισμα.

Χρησιμοποιούμε το θερμόμετρο για να ελέγχουμε το σημείο ζέσεως του υγρού που θα αποστάξουμε.

Για να αποφύγουμε απότομους βρασμούς και εκτινάξεις σταγονιδίων, προσθέτομε στον κλασματήρα γυάλινα σφαρίδια ή κομμάτια πορσελάνης ή κομμάτια ελαφρόπετρας (κίσηρη). Κατά την απόσταξη του υγρού το πρώτο απόσταγμα λέγεται **κεφαλή**, το τελευταίο **ουρά** και το μεσαίο, που είναι και περισσότερο, **σώμα**. Η απλή απόσταξη χρησιμοποιείται στην παρασκευή αποσταγμένου νερού.

6.4 Εξάχνωση.

Είναι η μεταβολή του στερεού σώματος στην αέρια κατάσταση χωρίς να μεσολαβήσει η υγρή (π.χ. το στερεό ιώδιο, η καμφορά και ναφθαλίνη). Αν αφήσομε στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος τα σώματα αυτά, διαρκώς θα μικραίνουν μέχρι να εξαφανισθούν. Γενικά εξαχνίζονται τα στερεά σώματα που έχουν έντονη οσμή.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΒΔΟΜΟ

ΔΙΑΛΥΜΑΤΑ

7.1 Γενικές πληροφορίες.

Ως διάλυμα χαρακτηρίζεται ένα ομογενές μείγμα μορίων ή ατόμων ή ιόντων, με δύο ή περισσότερα συστατικά και με μεταβλητή σύσταση σε καθορισμένες συνθήκες. Τα διαλύματα έχουν μεγάλη σημασία για τη ζωή μας. Το πόσιμο νερό είναι διάλυμα διαφόρων ανοργάνων ουσιών.

Τα φυτά παραλαμβάνουν την τροφή τους από το έδαφος υπό μορφή υδατικών διαλυμάτων.

Τα ψάρια αναπνέουν το οξυγόνο που περιέχεται στο θαλάσσιο νερό.

Πολλές χημικές αντιδράσεις πραγματοποιούνται εύκολα σε διαλύματα, γιατί η ταχύτητα της αντιδράσεως σε ένα διάλυμα είναι πολύ μεγαλύτερη από εκείνη, η οποία γίνεται μεταξύ καθαρών ουσιών.

Από τα συστατικά του διαλύματος εκείνο το οποίο απαντάται σε μεγαλύτερη αναλογία ονομάζεται **διαλύτης**, ενώ τα άλλα συστατικά του διαλύματος ονομάζονται **διαλυμένες ουσίες**.

Ανάλογα με τη φυσική κατάσταση του διαλύτη και των διαλυμένων ουσιών, τα διαλύματα τα διακρίνουμε στις εξής κατηγορίες:

- 1) Διαλύματα αερίων σε αέρια: π.χ. αέρας.
- 2) Διαλύματα αερίων σε υγρά: π.χ. διοξείδιο του άνθρακα-νερό (αεριούχα ποτά).
- 3) Διαλύματα αερίων σε στερεά: ορισμένα μέταλλα απορροφούν μεγάλους όγκους αερίου υδρογόνου (έχομε δηλ. διάλυμα αερίου σε στερεό).
- 4) Διαλύματα υγρών σε υγρά: π.χ. αιθυλική αλκοόλη σε νερό.
- 5) Διαλύματα υγρών σε στερεά: τα αμαλλάματα, δηλαδή τα διάφορα κράματα υδραργύρου, είναι διαλύματα της κατηγορίας αυτής.
- 6) Διαλύματα στερεών σε υγρά: αποτελούν την κοινότερη κατηγορία διαλυμάτων: π.χ. μαγειρικό αλάτι ή ζάχαρη στο νερό, θείο σε διθειάνθρακα.
- 7) Διαλύματα στερεών σε στερεά: στην κατηγορία αυτή ανήκουν τα διάφορα κράματα.

7.2 Τρόποι εκφράσεως της συγκεντρώσεως διαλυμάτων.

Περιεκτικότητα ή **συγκέντρωση** ενός διαλύματος είναι η ποσότητα της διαλυμένης ουσίας που υπάρχει σε ορισμένη ποσότητα διαλύματος ή διαλύτη. Εκφράζεται σε φυσικές ή χημικές μονάδες.

7.2.1 Έκφραση της συγκεντρώσεως με φυσικές μονάδες.

- 1) Επί τοις εκατό κατά βάρος (% κ.β.) γραμμάρια διαλυμένης ουσίας σε 100 g διαλύματος, π.χ. HCl 37% (κ.β.) δηλώνει ότι σε 100 g διαλύματος υδροχλωρικού οξέος περιέχονται 37 g υδροχλωρίου.
- 2) Επί τοις εκατό βάρος κατ' όγκο (% β.ο.) g διαλυμένης ουσίας σε 100 ml διαλύματος. Π.χ. NaCl 5% (β.ο.) δηλώνει ότι σε 100 ml διαλύματος περιέχονται 5 g NaCl.
- 3) Επί τοις εκατό κατ' όγκο, (% κ.ο.) ml διαλυμένης ουσίας σε 100 ml διαλύματος. Π.χ. αιθυλική αλκοόλη 65% (κ.ο.) δηλώνει ότι σε 100 ml διαλύματος περιέχονται 65 ml καθαρής αλκοόλης ή οξυγόνο στον ατμοσφαιρικό αέρα 21% κ.ο.
- 4) Γραμμάρια διαλυμένης ουσίας ανά λίτρο διαλύματος, g/lit.
- 5) Χιλιοστόγραμμα διαλυμένης ουσίας ανά ml διαλύματος, mg/ml.
- 6) Μέρη ανά εκατομμύριο, ppm, δηλαδή μέρη βάρους ανά 1 000 000 μέρη βάρους διαλύματος ή μέρη όγκου διαλυμένου σώματος σε 1 000 000 μέρη όγκων διαλύματος.

7.2.2 Έκφραση της συγκεντρώσεως με χημικές μεθόδους.

- 1) **Μοριακή συγκέντρωση** ή **Μοριακότητα** M (Molarity), δηλαδή ο αριθμός moles της διαλυμένης ουσίας ανά λίτρο διαλύματος (moles/lit). Π.χ. H_2SO_4 2M δηλώνει ότι σε ένα λίτρο διαλύματος υπάρχουν 2 moles καθαρού H_2SO_4 .
- 2) **Μοριακή** ή **τυπική** συγκέντρωση ανά 1000 g διαλύτη, m (Molality), δηλαδή αριθμός moles ανά 1000 g διαλύτη.
- 3) **Κανονική συγκέντρωση** ή **Κανονικότητα** N (Normality), δηλαδή αριθμός γραμμοϊσοδυνάμων (g-eq) διαλυμένης ουσίας ανά λίτρο διαλύματος (g-eq/lit). Έτσι εκφράζεται η συγκέντρωση των διαλυμάτων των ηλεκτρολυτών.
- 4) **Γραμμοτυπικότητα** F (Formality). Δηλώνει τον αριθμό γραμμοτύπων (gfw) μιας ουσίας ανά λίτρο διαλύματος (gfw/l).

Γραμμότυπος ή **Γραμμοτυπικό βάρος** μιας ουσίας είναι μία ποσότητα από την ουσία σε g ίση με το τυπικό βάρος της. Δηλαδή, αν πρόκειται για άτομο, με το ατομικό βάρος και αν πρόκειται για μόριο με το μοριακό βάρος.

Ο **όρος F** έχει πραγματική σημασία για ιοντικά διαλύματα και τον προτιμούμε όταν υπάρχουν μόρια που δεν ανταποκρίνονται στο χημικό τύπο, βάσει του οποίου υπολογίζεται το μοριακό βάρος της ουσίας.

Η **τυπικότητα** και η **μοριακότητα** στην περίπτωση μοριακών διαλυμάτων είναι ίσες, είναι όμως διαφορετικές σε όλα τα άλλα διαλύματα.

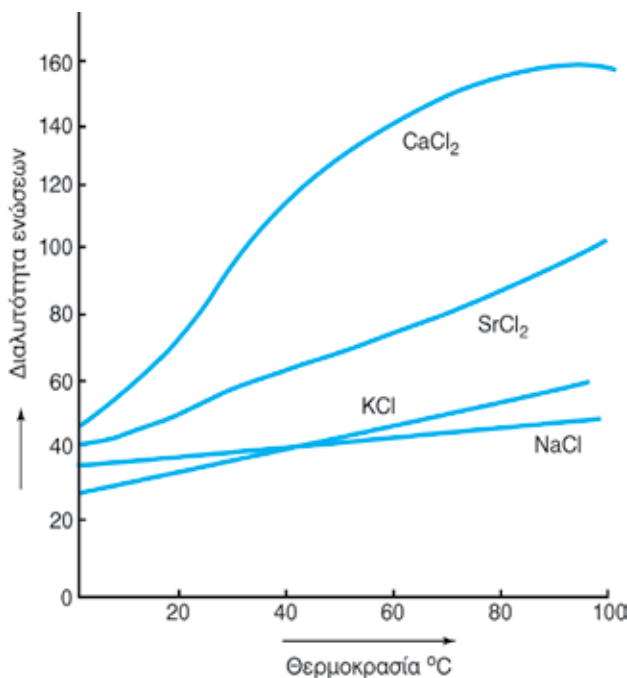
7.3 Διαλυτότητα.

Ουσίες που διαλύονται εύκολα και άφθονα στο διαλύτη χαρακτηρίζονται ως **ευδιάλυτες**, ενώ αυτές που διαλύονται ελάχιστα χαρακτηρίζονται ως **αδιάλυτες** ή **δυσδιάλυτες**.

Αν ένα διάλυμα περιέχει **τη μεγαλύτερη δυνατή** ποσότητα διαλυμένης ουσίας και βρίσκεται σε ισορροπία προς αυτήν της αδιάλυτης, καλείται **κορεσμένο**.

Διαλυτότητα μιας ουσίας καλείται η συγκέντρωση κορεσμένου διαλύματος αυτής σε ορισμένη θερμοκρασία. Εκφράζεται σε g της διαλυμένης ουσίας ανά 100 g διαλύτη και ονομάζεται διαλυτότητα % κ.β. ή σε g ανά 100 ml διαλύτη και ονομάζεται διαλυτότητα % β.ο.

Η διαλυτότητα των ουσιών, σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία, παρέχεται από καμπύλη διαλυτότητας (σχ. 7.3).



Σχ. 7.3.
Καμπύλες διαλυτότητας.

7.4 Παρασκευή διαλύματος NaCl % β.ο.

Έστω ότι θέλουμε να παρασκευάσουμε 250 ml διαλύματος NaCl 7% β.ο.

Σε αναλυτικό ζυγό ζυγίζουμε προσεκτικά 17,5 g NaCl, το οποίο πρέπει να είναι χημικά καθαρό και απαλλαγμένο από υγρασία.

Την ποσότητα αυτή τη διαλύουμε σε αποσταγμένο νερό σε όγκο 200 ml, τη μεταφέρουμε σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml και συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή της φιάλης με αποσταγμένο νερό. Ανακινούμε και φυλάσσουμε το διάλυμα σε πλαστική φιάλη αντιδραστήριου.

7.5 Παρασκευή διαλύματος Na_2CO_3 0,1 M.

Διάλυμα Na_2CO_3 0,1 M σημαίνει ότι ένα λίτρο διαλύματος περιέχει 0,1 mole Na_2CO_3 .

$$\text{mole Na}_2\text{CO}_3 = 106 \text{ g}$$

$$0,1 \text{ mole Na}_2\text{CO}_3 = 10,6 \text{ g}$$

Ζυγίζουμε προσεκτικά σε αναλυτικό ζυγό 10,6 g Na_2CO_3 χημικά καθαρού, τα διαλύουμε σε 500 ml αποσταγμένο νερό και τα μεταφέρουμε σε ογκομετρική φιάλη του λίτρου. Συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή της φιάλης με αποσταγμένο νερό.

7.6 Παρασκευή διαλύματος H_2SO_4 0,1 N.

7.6.1 Πρώτος τρόπος εργασίας.

1) Διάλυμα H_2SO_4 0,1 N, σημαίνει ότι περιέχει 0,1 g-eq H_2SO_4 σε ένα λίτρο διαλύματος.

$$\text{g-eq H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{mole H}_2\text{SO}_4}{2} = \frac{98}{2} = 49 \text{ g}$$

2) Το H_2SO_4 κυκλοφορεί στο εμπόριο σε μορφή πυκνού διαλύματος 95% κ.β. και $d = 1,83 \text{ g/cm}^3$. Πρέπει να υπολογίσουμε τα ml του πυκνού H_2SO_4 που απαιτούνται για την παρασκευή του αραιού διαλύματος H_2SO_4 0,1 N.

3) Υπολογίζουμε το βάρος του 1 λίτρου πυκνού διαλύματος H_2SO_4 .

$$d = m/V \rightarrow m = dV \rightarrow 1000 \times 1,83 = 1830 \text{ g}$$

Σε 100 g πυκνού H_2SO_4 περιέχονται	95 g H_2SO_4
1830	περιέχουν x;

$$x = \frac{95 \times 1830}{100} = 1738,5 \text{ g H}_2\text{SO}_4$$

$$\text{Άρα τα } 1738,5 \text{ g H}_2\text{SO}_4 = \frac{1738,5}{49,0} = 35,480 \text{ g-eq H}_2\text{SO}_4$$

$$N_{\text{πυκνού}} = 35,480$$

4) Εφαρμόζοντας τον τύπο $N_1 V_1 = N_2 V_2$ για την αραιώση του πυκνού έχουμε:

$$V_1 \times 35,4 \times 1000 \times 0,1 = \frac{1000 \times 0,1}{35,4} = 2,82 \text{ ml}$$

Άρα 2,82 ml πυκνού H_2SO_4 αραιώνονται σε αποσταγμένο H_2O μέχρι τελικό όγκο 1 λίτρου για την παρασκευή διαλύματος H_2SO_4 0,1 N.

7.6.2 Δεύτερος τρόπος εργασίας.

$$\text{g-eq H}_2\text{SO}_4 = \frac{98}{2} = 49 \text{ g}$$

Διάλυμα εμπορίου: περιεκτικότητα 96% κ.β. και $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

Στα 100 g διαλύματος περιέχονται 96 g καθαρού H_2SO_4

$$\frac{x}{4,9 \text{ g (g-eq/10) για 0,1 N}} = 100$$

$$x = 5,10 \text{ g δοθέντος διαλύματος}$$

$$\text{Από τη σχέση } d = \frac{m}{V} \text{ έχουμε } V = \frac{m}{d} = \frac{5,10}{1,84} = 2,77 \text{ cm}^3$$

Άρα διαλύουμε $2,77 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$ 96% σε νερό και τα μεταφέρουμε σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, την οποία συμπληρώνουμε έως τη χαραγή με νερό αποσταγμένο, οπότε έχουμε διάλυμα κανονικότητας 0,1 N.

Σημείωση.

Όλα τα κανονικά διαλύματα προκειμένου να έχουν τη θεωρητική περιεκτικότητα που ζητείται, μετά την παρασκευή τους πρέπει απαραίτητως να τιτλοδοτούνται.

7.7 Παρασκευή διαλύματος NaOH 2N.

Διάλυμα NaOH 2N σημαίνει ότι περιέχει 2g-eq NaOH σε ένα λίτρο διαλύματος.

$$\text{g-eq NaOH} = \frac{\text{mole}}{1} = \frac{40}{1} = 40 \text{ g}$$

άρα 2N NaOH ($2 \times 40 = 80 \text{ g NaOH}$).

Σε αναλυτικό ζυγό ζυγίζουμε προσεκτικά 80 g NaOH χημικά καθαρού, χωρίς υγρασία, τα διαλύουμε σε ποτήρι ζέσεως με αποσταγμένο νερό σε όγκο $\cong 500 \text{ ml}$ και τα μεταφέρουμε σε ογκομετρική φιάλη του λίτρου, την οποία και συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή. Το διάλυμα τοποθετείται σε πλαστική φιάλη πολυαιθυλενίου.

7.8 Παρασκευή αραιού HCl από πυκνότερο.

Το HCl οξύ του εμπορίου έχει περιεκτικότητα 37% κ.β. πυκνότητας $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$. Για την παρασκευή αραιού διαλύματος HCl από πυκνότερο εργαζόμαστε ως εξής:

Παράδειγμα.

Σε πόσα cm^3 διαλύματος HCl, $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$ και περιεκτικότητας 37% κ.β. σε HCl, πρέπει να προστεθούν $100 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$, ώστε να προκύψει διάλυμα 25% κ.β. σε HCl;

Λύση.

Έστω x τα ζητούμενα cm^3 του διαλύματος.

1) α) Μάζα αρχικού διαλύματος $m = dV \rightarrow m = x \cdot 1,19 \text{ g}$

β) Μάζα περιεχόμενου HCl σε αρχικό διάλυμα $x \cdot 1,19 \cdot 0,37 = 0,44 x \text{ g}$

2) α) Μάζα τελικού διαλύματος + μάζα αρχικού + $100 \text{ g H}_2\text{O} = (x \cdot 1,19 + 100) \text{ g}$

β) Μάζα περιεχόμενου HCl σε τελικό διάλυμα. $(x \cdot 1,19 + 100) \cdot 0,25 \text{ g}$

Η μάζα του περιεχομένου HCl δεν μεταβλήθηκε από την ανάμειξη και συνεπώς ισχύει η σχέση

$$0,44x = (x \cdot 1,19 + 100) \cdot 0,25 \text{ και } x = 175 \text{ cm}^3$$

7.9 Σχέση $N_1V_1 = N_2V_2$.

Έστω ότι έχουμε δύο διαλύματα ηλεκτρολύτη: Αν σε όγκο V_1 του πρώτου διαλύματος κανονικότητας N_1 περιέχονται $\alpha \text{ g-eq}$ ηλεκτρολύτη, τότε:

σε 1000 cm^3 διαλύματος περιέχονται $N_1 \text{ g-eq}$

$$\frac{V_1 \text{ διαλύματος}}{1000 \text{ cm}^3} = \frac{\alpha}{N_1 \text{ g-eq}}$$

$$V_1 = \frac{1000 \cdot \alpha}{N_1} \text{ cm}^3$$

Αν V_2 ο όγκος του β διαλύματος κανονικότητας N_2 , περιέχονται επίσης $\alpha \text{ g-eq}$ ηλεκτρολύτη, τότε ισχύει:

Σε 1000 cm^3 διαλύματος περιέχονται $N_2 \text{ g-eq}$

$$\frac{V_2 \text{ διαλύματος}}{1000 \text{ cm}^3} = \frac{\alpha}{N_2 \text{ g-eq}}$$

$$V_2 = \frac{1000 \cdot \alpha}{N_2} \text{ cm}^3$$

Συνεπώς:

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{1000 \cdot \alpha}{N_1} \cdot \frac{N_2}{1000 \cdot \alpha} \rightarrow \frac{V_1}{V_2} = \frac{N_2}{N_1} \rightarrow N_1V_1 = N_2V_2$$

Άσκηση – Εφαρμογή.

Αν αραιώσουμε 200 ml N/5 διαλύματος HNO_3 σε 800 ml , ποια θα είναι η κανονικότητα του νέου διαλύματος;

Λύση.

Από τον τύπο $N_1V_1 = N_2V_2$ υπολογίζουμε την κανονικότητα του νέου διαλύματος θέτοντας όπου:

$$N_1 = \frac{1}{5}, \quad V_1 = 200 \text{ ml}, \quad V_2 = 800 \text{ ml}$$

$$N_2 = \frac{N_1V_1}{V_2} = \frac{1/5 \times 200}{800} = \frac{1}{20}$$

Το νέο διάλυμα είναι $\frac{N}{20} = 0,05 \text{ N}$

7.10 Σχέση της % β.ο. περιεκτικότητας και της % κ.β.

Άσκηση 1η

Διάλυμα HNO_3 C = 17% κατά βάρος σε HNO_3 , έχει $d = 1,1 \text{ gr/cm}^3$. Να βρεθεί η βάρος κατ' όγκο περιεκτικότητα του διαλύματος.

Λύση.

Η άσκηση ζητά να βρούμε πόσα g HNO_3 περιέχονται σε 100 cm^3 διαλύματος.

Γνωρίζουμε ότι 100 g διαλύματος περιέχουν 17 g HNO_3 . Από τον τύπο $d = m/V$ βρίσκουμε τον όγκο V του διαλύματος, αφού γνωρίζουμε τη μάζα του διαλύματος $m = 100 \text{ g}$ και την πυκνότητα $d = 1,1 \text{ g/cm}^3$.

$$V = \frac{m}{d} = 100 : 1,1 = 90,9 \text{ cm}^3 \text{ διαλύματος}$$

Αλλά στα $90,9 \text{ cm}^3$ του διαλύματος περιέχονται τα 17 g HNO_3 .

Σε $90,9 \text{ cm}^3$ περιέχονται 17 g HNO_3

$$\frac{100}{\quad} \quad \quad \quad x ;$$

$$x = \frac{17 \times 100}{90,9} = 18,7 \text{ g HNO}_3$$

Άρα η βάρος κατ' όγκο περιεκτικότητα του διαλύματος είναι 18,7% β.ο.

Πρακτικός κανόνας.

Για να υπολογίσουμε την βάρος κατ' όγκο περιεκτικότητα διαλύματος, από την κατά βάρος και την πυκνότητα, πολλαπλασιάζουμε την πυκνότητα με την κατά βάρος περιεκτικότητα:

$$\beta \cdot \sigma = \kappa\beta \cdot d$$

Άσκηση 2η

Διάλυμα HNO_3 περιεκτικότητα = 18,7% β.ο. σε HNO_3 , έχει $d = 1,1 \text{ g/cm}^3$. Να βρεθεί η κ.β. περιεκτικότητα του διαλύματος.

Λύση.

Η άσκηση ζητά να βρούμε πόσα g HNO_3 περιέχονται σε 100 g του διαλύματος.

Γνωρίζουμε ότι 100 cm^3 διαλύματος περιέχουν $18,7 \text{ g HNO}_3$.

Από τον τύπο $d = m/V$ βρίσκουμε τη μάζα των 100 cm^3 του διαλύματος.

$$m = d \cdot V = 1,1 \times 100 = 110 \text{ g διαλύματος.}$$

Αλλά στα 110 g διαλύματος περιέχονται 18,7 g HNO_3

Στα 110 g διαλύματος περιέχονται 18,7 g HNO_3

$$\frac{100}{x};$$

$$x = \frac{18,7 \times 100}{110} = 17 \text{ g HNO}_3$$

Άρα η κατά βάρος περιεκτικότητα του διαλύματος είναι 17%.

Πρακτικός κανόνας.

Για να βρούμε την κατά βάρος περιεκτικότητα διαλύματος από την βάρος κατ' όγκο και την πυκνότητα, διαιρούμε την κατ' όγκο περιεκτικότητα διά της πυκνότητας.

$$\kappa.\beta = \frac{\beta.o.}{d}$$

Ασκήσεις επί διαλυμάτων (περιεκτικότητας, κανονικότητας, μοριακότητας, μείξεως)

Ασκηση 1η.

Δίνεται διάλυμα H_2SO_4 περιεκτικότητα = 96% κ.β. και $d = 1,84$. Να βρεθεί η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα του διαλύματος.

Λύση.

Στα 100 g διαλύματος περιέχονται 96 g H_2SO_4 και

$$d = \frac{m}{V} \rightarrow V = \frac{m}{d} = \frac{100}{1,84} = 54,35 \text{ cm}^3$$

Συνεπώς:

54,35 cm^3 διαλύματος περιέχουν 96 g H_2SO_4

$$\frac{100 \text{ cm}^3}{x};$$

$$x = \frac{96 \times 100}{54,35} = 176,6 \text{ g}$$

Η περιεκτικότητα επί τοις % β.ο. είναι 176,6% β.ο.

Ασκηση 2η.

Πόσα g NaOH περιέχονται σε 250 ml 0,1 M διαλύματός του;

Λύση.

Στα 1000 ml διαλύματος 0,1 M περιέχονται 4 g NaOH

$$\frac{\text{Στα 250 ml}}{x};$$

$$x = 1,0 \text{ g NaOH}$$

g-eq NaOH = 40 g και άρα 40 g/l 1 M, και 0,1 M 4 g/l

Άσκηση 3η.

Πόσα g H_2SO_4 απαιτούνται για την παρασκευή 500 cm^3 0,5 M διαλύματός του;

Λύση.

$$\text{M.B. } \text{H}_2\text{SO}_4 = 98 \text{ και } 0,5 \text{ M} = 0,5 \cdot 98 = 49 \text{ g}$$

$$\begin{array}{rcl} \text{Επομένως στα } 1000 \text{ cm}^3 \text{ περιέχονται} & 49 \text{ g } \text{H}_2\text{SO}_4 & \\ 500 \text{ cm}^3 \text{ διαλύματος } 0,5 \text{ M} & x ; & \\ \hline & x = 24,5 \text{ g} & \end{array}$$

Άσκηση 4η.

Πόσα g HCl απαιτούνται για την παρασκευή: α) 250 ml F διαλύματος; β) 250 ml 0,1 N διαλύματος;

Λύση.

$$\begin{array}{rcl} \text{α) Για } 1000 \text{ ml F διαλύματος απαιτούνται} & 36,5 \text{ g HCl} & \\ 250 \text{ ml} & x ; & \\ \hline & & \end{array}$$

$$x = \frac{36,5 \times 250}{1000} = 9,12 \text{ g}$$

$$\begin{array}{rcl} \text{β) Για } 1000 \text{ ml } 0,1 \text{ N διαλύματος απαιτούνται} & 3,65 \text{ g HCl} & \\ 250 \text{ ml} & x ; & \\ \hline & & \end{array}$$

$$x = \frac{3,65 \times 250}{1000} = 0,91 \text{ g HCl}$$

Άσκηση 5η.

Παρέχεται διάλυμα KOH 2,8% β.ο. Να βρεθεί η μοριακότητα και η κανονικότητα του διαλύματος.

Λύση.

$$\begin{array}{rcl} \text{Στα } 100 \text{ cm}^3 \text{ διαλύματος περιέχονται} & 2,8 \text{ g KOH} & \\ 1000 \text{ cm}^3 & x ; & \\ \hline & x = 28 \text{ g} & \end{array}$$

$$\begin{array}{rcl} \text{Τα } 56 \text{ g KOH είναι} & 1 \text{ mole αυτού} & \\ 28 \text{ g} & x ; & \\ \hline & x, = 0,5 \text{ F} & \end{array}$$

g-eq KOH = 56 g

Άρα η μοριακότητα είναι 0,5 F.

$$\begin{array}{rcl} \text{Άρα για N διάλυμα KOH } 56 \text{ g//} & & \\ x ; & 28 \text{ g//} & \\ \hline & & \end{array}$$

$$x = \frac{28 \text{ N}}{56} = 0,5 \text{ N}$$

Κανονικότητα KOH 0,5 N.

Άσκηση 6η.

Πόσα cm^3 διαλύματος HCl 13N απαιτούνται για την παρασκευή 1 λίτρου διαλύματος 5 N;

Λύση.

Στα 1000 cm ³ διαλύματος 13N περιέχονται	13 g-eq HCl
x ;	5 g-eq HCl

$$x = \frac{1000 \times 5}{13} = 384,6 \text{ cm}^3$$

Άρα για να παρασκευάσουμε 1 λίτρο 5N HCl θα πάρουμε 384,6 cm³ HCl 13 N και θα προσθέσουμε H₂O, ώσπου να γίνει ένα λίτρο.

Άσκηση 7η.

Δίνεται διάλυμα H₂SO₄ d = 1,80 και περιεκτικότητα = 86% κ.β. Να παρασκευασθεί 1 λίτρο διαλύματος 0,5 N H₂SO₄.

Λύση.

$$(\text{g-eq H}_2\text{SO}_4) = \frac{98}{2} = 49 \text{ g}$$

Στα 1000 ml διαλύματος περιέχονται	49 g για 1 N
Στα 1000 ml	24,5 g για 0,5 N
Στα 100 g διαλύματος περιέχονται	86 g H ₂ SO ₄
x ;	24,5

$$x = \frac{100 \times 24,5}{86} = 28,5 \text{ g διαλύματος}$$

$$\text{και από τη σχέση: } d = \frac{m}{V} = V = \frac{m}{d} = \frac{28,5}{1,80} = 15,8 \text{ cm}^3$$

Συνεπώς για την παρασκευή 1 λίτρου 0,5 N H₂SO₄ απαιτούνται 15,8 cm³ H₂SO₄ από το διατιθέμενο διάλυμα.

Άσκηση 8η.

Πόσα g H₂O πρέπει να προστεθούν σε 500 g διαλύματος NaOH κ.β. 25% για να μετατραπεί σε διάλυμα 10% κ.β.;

Λύση.

Έστω x τα g H₂O.

Έστω βάρος νέου διαλύματος 500 g + x

Βάρος NaOH αρχικού διαλύματος = 500 x 0,25

Βάρος NaOH τελικού διαλύματος = (500 + x) 0,1

Συνεπώς ισχύει η ισότητα:

$$500 \times 0,25 = (500 + x) 0,1$$

$$125 = 50 + 0,1 x$$

$$\text{και } 0,1 x = 125 - 50 = 75 \text{ και } x = 750$$

Άρα πρέπει να προστεθούν 750 g H₂O.

Άσκηση 9η.

Διάλυμα NaCl περιεκτικότητα = 20% κ.β. και ζυγίζει 2 kg. Πόσα g H₂O πρέπει να εξατμισθούν για να προκύψει διάλυμα 25% κ.β.;

Λύση.

Έστω x τα $\text{g H}_2\text{O}$.

1) m αρχικού διαλύματος = 2000 g

m περιεχόμενου NaCl = $2000 \times 0,2$ g

2) m τελικού διαλύματος = $(2000 - x)$ g

m περιεχόμενου NaCl = $(2000 - x) \times 0,25$

Από όλα αυτά ισχύει η ισότητα:

$$2000 \times 0,20 = (2000 - x) \times 0,25$$

$$400 = 500 - 0,25x \quad 0,25x = 500 - 400 = 100 \quad \text{και} \quad x = \frac{100}{0,25} = 400$$

Άρα πρέπει να εξατμισθούν 400 $\text{g H}_2\text{O}$ για να λάβουμε διάλυμα περιεκτικότητας 25%

Ασκήσεις χωρίς λύση.

- 1) Διατίθεται διάλυμα περιεκτικότητα = 24% β.ο. και $d = 1,2 \text{ g/cm}^3$. Ποια η κ.β. περιεκτικότητας του διαλύματος;
- 2) Πόσα g HCl περιέχονται στα 500 ml διαλύματος αυτού περιεκτικότητας 37% κ.β. και $d = 1,19 \text{ g/cm}^3$;
- 3) Κατά την εξάτμιση 25 g διαλύματος NaCl ελήφθη υπόλειμμα 1,2 g. Ποια η κ.β. περιεκτικότητας του διαλύματος;
- 4) Πόσα cm^3 , H_2SO_4 , $d = 1,84$ και περιεκτικότητα = 96% κ.β. θα λάβουμε για να παρασκευάσουμε 100 cm^3 διαλύματος H_2SO_4 50% κ.β.;
- 5) Ποια η κανονικότητα διαλύματος KCl 30% β.ο.
- 6) Πόσα g H_2SO_4 απαιτούνται για παρασκευή:
 - α) 100 ml μοριακού διαλύματος.
 - β) 250 ml 0,5 N διαλύματος;
- 7) Δίνεται διάλυμα HCl $d = 1,19$ και περιεκτικότητα = 37% κ.β. Να παρασκευασθεί 1 λίτρο διαλύματος $\text{N}/10 \text{ HCl}$ και να αναγραφούν στην επιγραφή του προς χρήση διαλύματος τα απαραίτητα στοιχεία.
- 8) 200 kg διαλύματος H_2SO_4 περιεκτικότητα = 55% κ.β. αναμειγνύονται με 400 kg διαλύματος H_2SO_4 περιεκτικότητα = 40% κ.β. Ποια είναι η επί τοις % κ.β. περιεκτικότητα σε H_2SO_4 του σχηματιζόμενου διαλύματος;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΟΓΔΩΟ

ΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗ – ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΣΗ

8.1 Κορεσμένο διάλυμα – Σταθερές κρυσταλλώσεις.

Κορεσμένο καλείται το διάλυμα, το οποίο περιέχει σε διάλυση τη μέγιστη ποσότητα διαλυμένης ουσίας σε ορισμένη θερμοκρασία. Αν το διάλυμα κορεσθεί σε μεγαλύτερη θερμοκρασία και το αφήσουμε να ψυχθεί, το επί πλέον ποσό του διαλυμένου σ' αυτό σώματος αποβάλλεται μέσα στο υγρό με μορφή κρυστάλλων. Το φαινόμενο αυτό καλείται **κρυστάλλωση**. Η κρυστάλλωση είναι ένας από τους κυριότερους τρόπους για τον καθαρισμό ενός διαλυτού σώματος.

8.1.1 Μέθοδος διαχωρισμού των συστατικών διαλύματος.

Η θερμοκρασία κρυσταλλώσεως δεν μπορεί να είναι πολύ μεγαλύτερη από το σ.ζ. του διαλυτικού μέσου (όταν χρησιμοποιείται ως διαλυτικό μέσο το νερό πρέπει να είναι το πολύ λίγους βαθμούς μεγαλύτερη από τους 100°C).

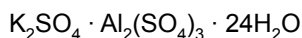
Το κορεσμένο διάλυμα, μέσα στο οποίο σχηματίζονται οι κρύσταλλοι, καλείται **αλμόλοιπο** ή **μητρικό διάλυμα**. Οι κρύσταλλοι αποχωρίζονται από το μητρικό διάλυμα με την κατάλληλη κάθε φορά μέθοδο (απλή διήθηση ή διήθηση υπό κενό), πλένονται και ξηραίνονται.

Αν οι κρύσταλλοι που δημιουργήθηκαν διαλυθούν πάλι σε καθαρό διαλυτικό μέσο και επαναληφθεί η κρυστάλλωση, θα ληφθούν καθαρότεροι και μεγαλύτεροι κρύσταλλοι με σχετική απώλεια του βάρους τους. Η δεύτερη κρυστάλλωση καλείται **ανακρυστάλλωση**.

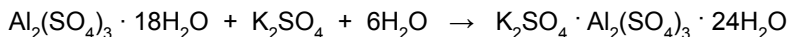
8.2 Παρασκευή κοινής στυπτηρίας.

8.2.1 Στυπτηρίες.

Ονομάζουμε στυπτηρίες τα διπλά άλατα που αποτελούνται από θειικά άλατα καλίου, νατρίου ή αμμωνίου με θειικά άλατα σιδήρου, αργιλίου ή χρωμίου και κρυσταλλώνονται με 24 μόρια κρυσταλλικού νερού. Η στυπτηρία καλίου-αργιλίου, η **κοινή στύψη** έχει το χημικό τύπο.



Παρασκευάζεται με ανάμειξη διαλυμάτων (ίσου αριθμού γραμμομορίων θειικού αργιλίου και θειικού καλίου και αφήνομε το μείγμα για κρυστάλλωση.



8.2.2 Τεχνική.

Διαλύομε σε κάψα πορσελάνης ή κρυσταλλωτήριο 15 g ένυδρου θειικού αργιλίου $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ σε 100 ml νερό και προσθέτομε κορεσμένο διάλυμα θειικού καλίου, [η ποσότητα του K_2SO_4 υπολογίζεται με βάση την εξίσωση για 15 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (8\text{H}_2\text{O})$].

8.2.3 Υπολογισμοί.

$$\begin{array}{rcl} \text{Για } 666 \text{ g } \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O} \text{ απαιτούνται } 174,2 \text{ g } \text{K}_2\text{SO}_4 & & \\ \hline 15 \text{ g} & & x ; \text{ g} \end{array}$$

$$x = \frac{174,2}{666} = 3,94 \text{ g} \approx 4 \text{ g } \text{K}_2\text{SO}_4$$

Τα 4 g K_2SO_4 διαλύομε σε $4 \times 100/25 = 16 \text{ ml } \text{H}_2\text{O}$

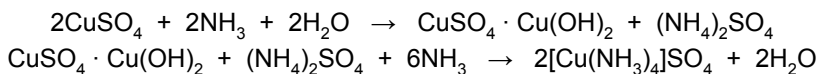
25 g/100 g διαλυτή είναι η διαλυτότητα του K_2SO_4 στη θερμοκρασία 100°C.

8.3 Παρασκευή θειικού τετραμινο-χαλκού.

8.3.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Αν σε διάλυμα θειικού χαλκού επιδράσει υδροξείδιο του αμμωνίου (διάλυμα αμμωνίας σε νερό), σχηματίζεται ίζημα κυανοπράσινο τύπου $\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$. Με την προσθήκη περισσότερης αμμωνίας το ίζημα ξαναδιαλύεται και σχηματίζεται το άλας:

θειικός τετραμινο-χαλκός $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$ (εναμμώνιος θειικός χαλκός) που είναι **σύμπλοκο άλας**. Το διάλυμα του άλατος αυτού είναι μπλε και το άλας έχει εντελώς διαφορετικές ιδιότητες του Cu^{2+} .

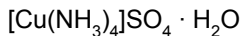


8.3.2 Παρασκευή.

- 1) Διαλύομε με θέρμανση 25 g ένυδρο κρυσταλλικό θειικό χαλκό, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ σε 25 ml H_2O . Προσθέτομε λίγο-λίγο πυκνό διάλυμα αμμωνίας ($\cong 25\%$), αναδεύοντας μέχρι να ξαναδιαλυθεί το ίζημα. Το διάλυμα που προκύπτει έχει έντονο κυανό χρώμα.
- 2) Το διάλυμα τοποθετείται σε μικρό ποτήρι ζέσεως, προσθέτομε μείγμα ίσων όγκων οινόπνεύματος 90% και νερού με τη βοήθεια ράβδου κατά μήκος των τοιχωμάτων του ποτηριού, ώστε να μην αναμειχθεί με το διάλυμα.

Προσθέτομε πάλι προσεκτικά 25 ml οινόπνευμα 95%.

- 3) Καλύπτομε το ποτήρι με γυαλί ρολογιού, το αφήνομε σε ηρεμία μια εβδομάδα και κρυσταλλώνεται ο θειικός τετράμινο-χαλκός σε μεγάλους αραιούς κρυστάλλους χημικού τύπου:



Παρατηρήσεις.

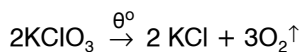
- 1) Στο σύμπλοκο ιόν του $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{++}$ ο Cu καλείται **κεντρικό άτομο** ή (NH_3) **υποκαταστάτης** και ο αριθμός 4, αριθμός **μοριακής συντάξεως** ή **αριθμός εντάξεως**.
- 2) Το σθένος του σύμπλοκου ιόντος ισούται με το αλγεβρικό άθροισμα των σθενών του κεντρικού ατόμου και των υποκαταστάτων, π.χ.:
 $(\text{Cu}(\text{NH}_3)_4)^{++} = + 2$
 $(+ 2) + (0 \times 4) = + 2$ γιατί η NH_3 έχει ουδέτερο φορτίο.
- 3) Αν σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες φέρομε διάλυμα του σύμπλοκου άλατος και στον άλλο διάλυμα Cu^{2+} και προσθέσομε και στους δύο σταγόνες διαλύματος Na_2CO_3 , θα παρατηρήσομε ότι το απλό του άλας θα σχηματίσει ίζημα, ενώ το σύμπλοκο δεν θα υποστεί καμιά μεταβολή (διαφορά συμπεριφοράς των ιόντων απλού Cu^{2+} και σύμπλοκου $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΝΑΤΟ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΠΑΡΑΣΚΕΥΕΣ ΑΕΡΙΩΝ – ΣΥΣΚΕΥΗ KIPP

9.1 Παρασκευή O₂.

Η εργαστηριακή παρασκευή οξυγόνου γίνεται συνήθως με θέρμανση χλωρικού καλίου (KClO₃), που είναι ένωση πλούσια σε οξυγόνο (σχ. 9.1α).



Θερμαίνουμε στη συσκευή του σχήματος 9.1α μείγμα από 5 g KClO₃ και 0,5 g πυρολουσίτη MnO₂. Ο πυρολουσίτης προστίθεται γιατί με την παρουσία του το KClO₃ διασπάται και παρέχει οξυγόνο σε θερμοκρασία 270°C, και όχι 400°C που θα χρειαζόταν αν θερμαινόταν μόνο του το KClO₃.

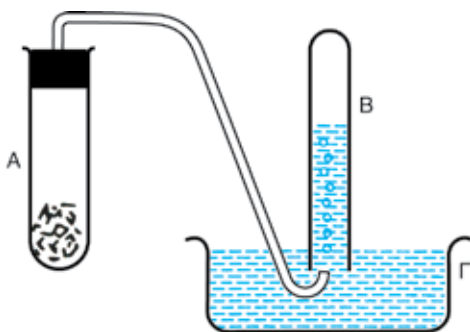
Παρατηρήσεις.

- 1) Το μείγμα του KClO₃ και του MnO₂ λειοτριβείται καλά.
- 2) Η παρασκευή του O₂ μπορεί να γίνει και με τη διάταξη του σχήματος 9.1β.
- 3) Η θέρμανση πρέπει να είναι ήπια.
- 4) Το O₂ συλλέγεται σε σωλήνα αντεστραμμένο σε νερό (σχ. 9.1β).



Σχ. 9.1α.

Παρασκευή οξυγόνου με θέρμανση μείγματος KClO₃ και MnO₂.

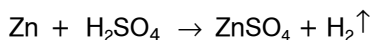
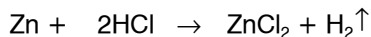


Σχ. 9.1β.

Διάταξη εργαστηριακής παρασκευής οξυγόνου.

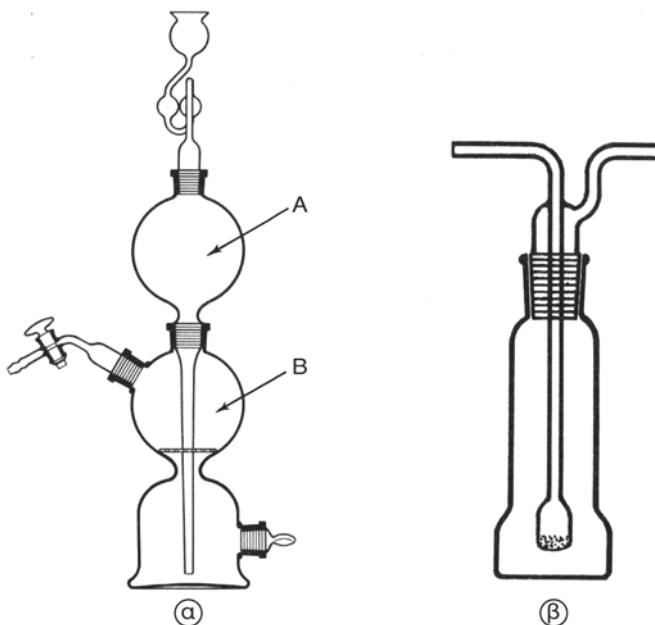
9.2 Παρασκευή H_2 .

Η παρασκευή του υδρογόνου επιτυγχάνεται με επίδραση αραιού υδροχλωρικού ή θειικού οξέος σε μεταλλικό ψευδάργυρο:



Ο Zn τοποθετείται με μορφή μικρών ράβδων στη σφαίρα της συσκευής Kipp [σχ. 9.2 (α)].

Ως υγρό στην **πλυντρίδα** [σχ. 9.2 (β)] χρησιμοποιούμε νερό που συγκρατεί τους ατμούς του HCl οξέος, οι οποίοι παρασύρονται με το υδρογόνο.



Σχ. 9.2.

α) Συσκευή Kipp. β) Πλυντρίδα.

9.3 Παρασκευή CO_2 .

Η παρασκευή του διοξειδίου του άνθρακα επιτυγχάνεται κατά την επίδραση οξέος σε ανθρακικό ασβέστιο, κατά την αντίδραση:



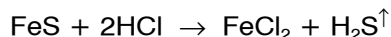
9.3.1 Τεχνική.

- 1) Ως ανθρακικό ασβέστιο χρησιμοποιούνται στη σφαίρα B της συσκευής Kipp μικρά τεμάχια μαρμάρου. Ως υγρό πλύσεως στην πλυντρίδα τοποθετούμε νερό.

- 2) Μετά την α' πλυντρίδα συνδέεται η β' που περιέχει διάλυμα πυκνού H_2SO_4 που χρησιμεύει για την ξήρανση του παραγομένου αερίου.
- 3) Το CO_2 στη συνέχεια ανιχνεύεται, αφού διαβιβασθεί σε διάλυμα $\text{Ba}(\text{OH})_2$, οπότε σχηματίζεται λευκό ίζημα από BaCO_3 .

9.4 Παρασκευή H_2S .

Η παρασκευή γίνεται με την επίδραση υδροχλωρικού οξέος σε μονοθειούχο σίδηρο κατά την αντίδραση:



Ο θειούχος σίδηρος τοποθετείται με μορφή μικρών κομματιών μήκους 1–3 cm στη σφαίρα Β της συσκευής Kipp, ενώ το οξύ στη σφαίρα Α. Το οξύ χρησιμοποιείται πυκνό αραιωμένο με ίσο όγκο νερού. Ως υγρό πλύσεως στην πλυντρίδα χρησιμοποιείται το νερό.

Η ανίχνευση του H_2S γίνεται με διαβίβασή του σε διάλυμα νιτρικού μολύβδου, οπότε καθιζάνει θειούχος μόλυβδος, PbS χρώματος μαύρου.

9.5 Παρασκευή Cl_2 .

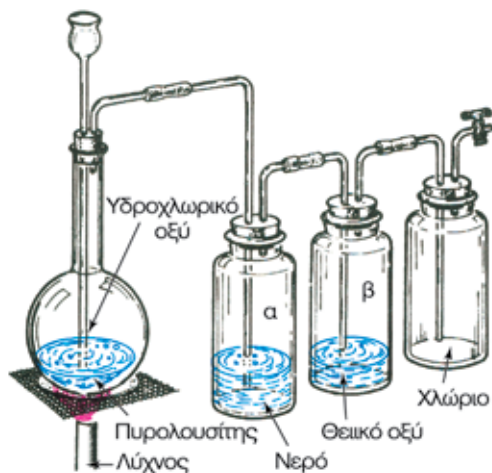
Το χλώριο παρασκευάζεται στο εργαστήριο με ελαφριά θέρμανση πυρολουσίτη μαζί με πυκνό υδροχλωρικό οξύ κατά την αντίδραση.



Η συσκευή (σχ. 9.5) παρασκευής του Cl_2 τοποθετείται στον απαγωγό επειδή το χλώριο είναι δηλητηριώδες.

Το Cl_2 διοχετεύεται σε υποδοχέα με παγωμένο νερό (πάγος) 0°C περίπου θερμοκρασίας, οπότε σχηματίζεται το χλωριούχο νερό.

Η παραγωγή του Cl_2 υποβοηθείται με ελαφριά θέρμανση με τη βοήθεια φλόγας λύχνου.



Σχ. 9.5.

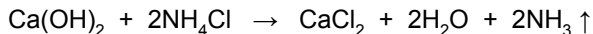
Εργαστηριακή παρασκευή Cl_2 .

α) Πλυντρίδα νερού: Καθαρισμός Cl .

β) Πλυντρίδα θειικού οξέος: Ξήρανση Cl_2 .

9.6 Παρασκευή NH_3 .

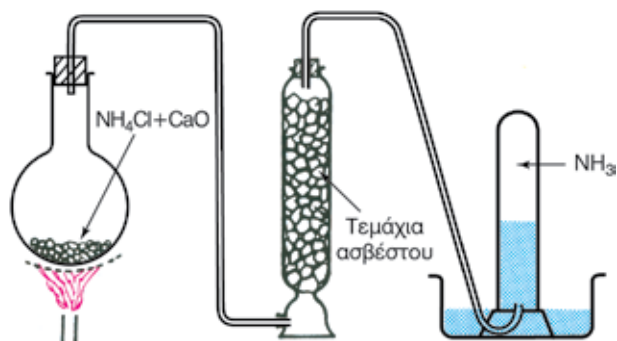
Η αμμωνία παρασκευάζεται στο εργαστήριο με θέρμανση σβησμένου ασβέστη $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$ μαζί με χλωριούχο αμμώνιο NH_4Cl , κατά την αντίδραση:



Η συσκευή (σχ. 9.6) αποτελείται από φιάλη σφαιρική με λυγισμένο σωλήνα που καταλήγει σε κωνική φιάλη με αποσταγμένο νερό.

Στη σφαιρική φιάλη προσθέτομε 30 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$ και 20 g NH_4Cl . Το μείγμα διαλύεται σε 20–50 ml νερού. Η διαβίβαση της NH_3 γίνεται σε 50 ml νερού. Στο παραγόμενο διάλυμα προσδιορίζομε το ε.β. και από πίνακες συσχετισμού παρέχεται η περιεκτικότητα του διαλύματος σε NH_3 .

Η σφαιρική φιάλη θερμαίνεται ήπια με τη βοήθεια ατμόλουτρου.



Σχ. 9.6.

Εργαστηριακή παρασκευή αμμωνίας.

Ασκήσεις.

- 1) 3 g μείγματος Na_2CO_3 και NaHCO_3 , υφίστανται, με θέρμανση, απώλεια βάρους ίση προς 0,348 g. Να βρεθεί η επί τοις % αναλογία του μείγματος.
- 2) Σκελετός έχει βάρος 11 kg. Δεδομένου ότι η περιεκτικότητα των οστών σε $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ είναι 58% ποιο είναι το βάρος του περιεχομένου στα οστά φωσφόρου (P);
- 3) Πόσα μόρια H_2O περιέχονται σε μία σταγόνα νερού (20 σταγόνες = 1 cm³);
- 4) 2 g μείγματος KCl και KClO_3 θερμαινόμενο, δίνει 0,24 λίτρα αερίου. Ποια η επί τοις % σύσταση του μείγματος;
- 5) Μείγμα NaCl και CaCO_3 έχει 20% NaCl . Ποια θα είναι η περιεκτικότητα του μείγματος σε NaCl μετά από ισχυρή πύρωση μέχρι σταθερό βάρος;
- 6) Να υπολογισθεί η πρακτική απόδοση της μετατροπής FeS_2 σε SO_2 όταν από 16 τόνους σιδηροπυρίτη, περιεκτικότητας 87,4% σε FeS_2 , λαμβάνονται 13,95 τόνοι SO_2 ;
- 7) Δίνεται 1 τόνος ασβεστολίθου. Ποιο ποσό ασβέστου μπορούμε να λάβουμε από αυτό όταν η απόδοση της καμίνου είναι 92%;
- 8) Με πύρωση 10 g MgCO_3 , λαμβάνεται αέριο που διαβάζεται διά περισσεΐας διαλύματος NaOH και προκαλεί αύξηση βάρους του διαλύματος κατά 4,125 g. Ποια η καθαρότητα του ορυκτού;

Ασκήσεις – Ερωτήσεις.

- 1) Τι αντίδραση παρέχει διάλυμα NH_4Cl όξινο ή αλκαλικό και γιατί;
- 2) Αν πυρλώσαμε ισχυρό μείγμα από CaCO_3 και CaO , ποιο θα είναι το στερεό υπόλειμμα που εναπομένει στο χωνευτήριο;
- 3) Δίνεται μείγμα NaCl και BaSO_4 , πώς θα διαχωρίσετε τα δύο σώματα;
- 4) Έχουμε NH_4Cl και NaCl , με ποια εργαστηριακή διεργασία θα πάρουμε το NaCl ;
- 5) Εξατμίζουμε διάλυμα αμμωνίας και $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$. Ποιο θα είναι το στερεό υπόλειμμα που θα παραμείνει στην κάψα;
- 6) Ποια άλατα δεν υδrolούνται και γιατί;
- 7) Να δικαιολογηθεί σε ποιες περιπτώσεις έχουμε τις μονόδρομες αντιδράσεις. Αναφέρατε ένα παράδειγμα σε κάθε περίπτωση.
- 8) Διατίθεται μείγμα MgCO_3 , NaHCO_3 , BaSO_4 και NH_4Cl . Το μείγμα αυτό πυρούμενο έχει απώλεια βάρους. Πού οφείλεται αυτή; Να γραφούν όλες οι αντιδράσεις.
- 9) Ποια από τα παρακάτω άλατα είναι ευδιάλυτα και ποια δυσδιάλυτα;
 AgCl , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, CaCO_3 , Na_2S , PbSO_4 , NaCl , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, K_3PO_4 , NaNO_3 , CuSO_4 , PbCl_2 και FeS .
- 10) Τι αντίδραση παρέχει διάλυμα Na_2CO_3 βασικό ή όξινο και γιατί;
- 11) Από μεταλλικό Cu με ποιον τρόπο μπορούμε να παρασκευάσουμε στο εργαστήριο κρυστάλλους του τύπου $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$;
- 12) Ποια από τα παρακάτω άλατα θα διασπασθούν κατά τη θέρμανση; Γράψτε τις αντιδράσεις διασπάσεώς τους.
 NaHCO_3 , Na_2SO_4 , CaCl_2 , NH_4Cl , KCl , ZnCO_3 , BaCO_3 , BaSO_4 , Na_2CO_3 , NaCl , Ag_2SO_4 , FeSO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, CuSO_4 .
- 13) Διατίθεται μείγμα από C , S , NaCl . Πώς θα διαχωρίσετε τα συστατικά του μείγματος;
- 14) Πώς θα ελέγξετε αν το διάλυμα που σας δίνεται είναι αλκαλικό ή όχι;

Ερωτήσεις – Τεστ.

Οι παρακάτω προτάσεις είναι σωστές ή λάθος; Απαντήστε με το γράμμα «Σ» αν τις θεωρείτε σωστές και με το γράμμα «Λ» αν τις θεωρείτε λάθος.

- 1) Η οξειδωτική δράση του χρωμοθεικού μείγματος, για τον καθαρισμό των χημικών υαλίων σκευών, οφείλεται στην παρουσία του H_2SO_4 .
- 2) Το αφαλατωμένο νερό είναι καθαρότερο από το αποσταγμένο.
- 3) Τα ογκομετρικά όργανα που μετρούν ακρίβεια όγκου είναι η προχοΐδα, ο ογκομετρικός κύλινδρος και το σιφώνιο.
- 4) Με το αραιόμετρο μπορούμε να μετρήσουμε την πυκνότητα του πυκνού H_2SO_4 .
- 5) Η αναγωγική φλόγα είναι αιθαλίζουσα και χρησιμεύει για τη θέρμανση-πύρωση διαφόρων χημικών ενώσεων.
- 6) Το Na_2CO_3 πυρούμενο διασπάται σε Na_2O και CO_2 .
- 7) Η γαλαζόπετρα θερμαίνόμενη στους 250°C μεταβάλλει το χρώμα της από γαλάζιο σε λευκό.
- 8) Το CaCl_2 είναι ξηραντικό μέσο που αναγεννάται.
- 9) Ο έλεγχος της ασβεστοποίησης του CaCO_3 γίνεται με σταγόνες νερού.
- 10) Ο σκληρός ηθμός λέγεται θεικού βαρίου ή κυανής ταινίας.
- 11) Ο AgCl έχει χρώμα λευκό ζελατινώδες.
- 12) Η φυγοκέντρωση είναι τρόπος διαχωρισμού στερεών λεπτοκόκκων σωματιδίων από υγρό.
- 13) Η εξάτμιση λαμβάνει χώρα σε ολόκληρη τη μάζα του υγρού.
- 14) Κατά την απόσταξη το πρώτο απόσταγμα λέγεται σώμα και το τελευταίο ουρά.
- 15) Το αμόλυγγο είναι διάλυμα υγρού σε στερεό.
- 16) Κανονικότητα ονομάζεται ο αριθμός των mol μιας ουσίας που είναι διαλυμένη σε 1 λίτρο διαλύματος.
- 17) Η διαλυτότητα μιας ενώσεως έχει την ίδια τιμή σε όλες τις θερμοκρασίες.

- 18) Το g-eq του Na_2CO_3 είναι 53 g.
- 19) Η πλυντρίδα είναι γυάλινο σκεύος που χρησιμοποιείται για τον καθαρισμό και την ξήρανση των παραγομένων αερίων με τη συσκευή Kipp.
- 20) Τα άλατα τα οποία προκύπτουν από πλήρη εξουδετέρωση ισχυρών ηλεκτρολυτών δεν υδρολύονται.
- 21) Διάλυμα NH_4Cl παρέχει όξινη αντίδραση.
- 22) Η αντίχνευση του Cl_2 γίνεται μετά από διαβίβαση αυτού σε διάλυμα $\text{Ba}(\text{OH})_2$.
- 23) Το H_2S ανιχνεύεται από το μαύρο ίζημα που σχηματίζεται όταν διαβιβασθεί σε διάλυμα $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$.
- 24) Η προσθήκη της NH_3 (NH_4OH) σε διάλυμα CuSO_4 σχηματίζει σύμπλοκο ιόν του τύπου $(\text{Cu}(\text{NH}_3)_4)^{++}$.
- 25) Κατά την παρασκευή του O_2 (θερμική διάσπαση KClO_3) χρησιμοποιείται σαν καταλύτης ο πυρολουσίτης.

ΜΕΡΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ

ΠΟΙΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

1) Γενικές πληροφορίες.

Ορισμός: Ποιοτική ανάλυση είναι ο κλάδος της Χημείας που ασχολείται με την εξέταση των διαφόρων χημικών ουσιών και την εύρεση της χημικής συστάσεώς τους.

Σκοπός της ποιοτικής αναλύσεως είναι η διαπίστωση του είδους των στοιχείων, μορίων ή ριζών, από τα οποία αποτελείται η εξεταζόμενη ουσία, και η μελέτη της συμπεριφοράς των διαφόρων ιόντων, μετά την προσθήκη στα διαλύματά τους ορισμένων αντιδραστηρίων υπό καθορισμένες συνθήκες.

Ανάλογα με τη φύση του εξεταζομένου δείγματος (ανοργάνου ή οργανικού) διαχωρίζεται σε **ανόργανη** και **οργανική ποιοτική ανάλυση**. Επίσης, ανάλογα με τα μέσα και τη μέθοδο που εφαρμόζεται, διακρίνονται οι εξετάσεις αυτές σε υγροχημικές, πυροχημικές, χρωματομετρικές κ.λ.π..

Στο κεφάλαιο της ποιοτικής αναλύσεως θα αναπτυχθούν με λεπτομέρεια οι αντιδράσεις ανιχνεύσεως των κυριότερων κατιόντων και ανιόντων ακολουθώντας τις εντολές της **υγροχημικής μεθόδου**.

Σε μια εξειδικευμένη υγροχημική αντίδραση θα πρέπει να υπάρξουν ορισμένα εξωτερικά χαρακτηριστικά, τα οποία παρέχουν την πληροφορία της υπάρξεως ή όχι του υπό ανίχνευση συστατικού (θετική ή αρνητική ανίχνευση).

Η θετική αντίδραση γίνεται αντιληπτή όταν, μετά από την ανάμειξη του **προτύπου διαλύματος** και του **ειδικού αντιδραστηρίου**, παρατηρούνται τα εξής:

- 1) Μεταβολή του χρώματος του διαλύματος.
- 2) Σχηματισμός ιζήματος χαρακτηριστικού χρώματος ή η διαλυτοποίησή του.
- 3) Έκλυση ενός αερίου.
- 4) Δημιουργία ή εμφάνιση κάποιας οσμής.

Όταν σε μια αντίδραση **οι ουσίες που αντιδρούν** παρέχουν σαν **προϊόντα αντιδράσεως** ιζήματα, τότε πρέπει να τα χαρακτηρίσουμε ανάλογα με τον **τύπο τους (υφή)** σε:

- 1) Κρυσταλλικά, π.χ. ζάχαρη – BaSO_4 .
- 2) Κοκκώδη, π.χ. AgCl .
- 3) Ζελατινώδη, π.χ. Al(OH)_3 .
- 4) Κολοειδή, π.χ. Fe(OH)_3 .

Η συνηθισμένη χημική ορολογία στην ποιοτική ανάλυση είναι:

- 1) **Το αντιδραστήριο:** Είναι το διάλυμα γνωστής περιεκτικότητας (συγκεντρώσεως) που προστίθεται στο εξεταζόμενο διάλυμα για να δώσει μια χαρακτηριστική χημική αντίδραση.
- 2) **Το ίζημα:** Είναι η αδιάλυτη ένωση που σχηματίζεται μετά από μια χημική αντίδραση σε ένα διάλυμα.
- 3) **Η διήθηση:** Είναι η μηχανική διεργασία, με την οποία διαχωρίζεται η στερεή φάση από την υγρή, σε ένα **ετερογενές** μείγμα.
- 4) **Το διήθημα:** Είναι το διερχόμενο από τον ηθμό διάλυμα μετά τη συγκράτηση του ιζήματος.



Σχ. 1.

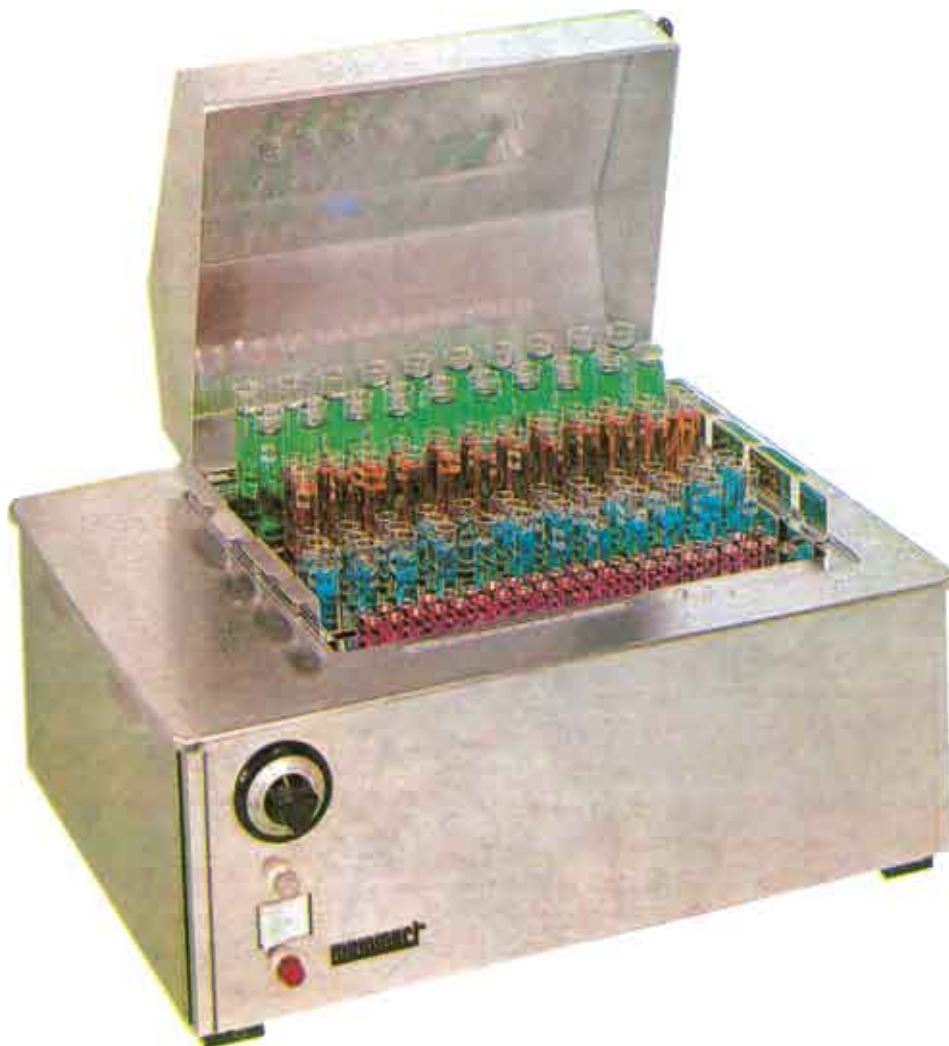
Διάφορες χρωστικές αντιδράσεις σε δοκιμαστικούς σωλήνες.

2) Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια ποιοτικής αναλύσεως.

Για τη μελέτη των αντιδράσεων ανιχνεύσεως των διαφόρων κατιόντων και ανιόντων χρησιμοποιούνται πρότυπα διαλύματα ενώσεων, τα οποία παρέχουν ιόντα που θέλουμε να εξετάσουμε. Αυτά κυρίως είναι αραιά διαλύματα γνωστής περιεκτικότητας (0,1 N ή 0,1 M).

Επίσης, εκτός από τα ειδικά αντιδραστήρια, θα πρέπει να είναι πάντοτε στη διάθεση του ασκούμενου μαθητή αραιά διαλύματα περίπου 2N ή 10% β.ο. (βάρος κατά όγκο), βάσεων και οξέων (NH_4OH , H_2SO_4 , HCl κ.λ.π.), τα οποία είναι απαραίτητα για τη ρύθμιση του περιβάλλοντος του προς εξέταση δείγματος.

Τέλος, στην ποιοτική ανάλυση είναι εύχρηστα και τα διαλύματα των ουσιών που



Σχ. 2.

Χαρακτηριστικές χρωστικές αντιδράσεις σε δοκιμαστικούς σωλήνες μέσα σε ηλεκτρικό εργαστηριακό υδρόλουτρο.



Σχ. 3.

Όργανα και σκεύη απαραίτητα για την ποιοτική ανάλυση.

χρησιμοποιούν για την **αναδιάλυση και ταυτοποίηση** του ιζήματος και του ιόντος αντίστοιχα.

Για την παρασκευή και τη φύλαξη αυτών των αντιδραστηρίων είναι απαραίτητη η χρήση κάποιων μικροσυσκευών και οργάνων (σχ. 1, 2 και 3). Τα σπουδαιότερα και βασικότερα από αυτά είναι:

- 1) Ζυγός αναλυτικός ή φαρμακευτικός.
- 2) Ύαλος ωρολογίου.
- 3) Ποτήρι ζέσεως των 100 ml κ.λ.π..
- 4) Γυάλινη ράβδος.
- 5) Σταγονομετρικά φιαλίδια.
- 6) Υδροβολέας πλαστικός.
- 7) Κύλινδρος ογκομετρικός 10 ml, 50 ml κ.λ.π..
- 8) Ογκομετρικές φιάλες 100 ml, 500 ml και 1 λίτρου.
- 9) Ηθμοί.
- 10) Χωνιά γυάλινα.
- 11) Λύχνος ή θερμαινόμενη πλάκα ηλεκτρική.
- 12) Πλέγμα αμιάντου.
- 13) Δοκιμαστικοί σωλήνες.
- 14) Υδρόλουτρο (σχ. 2).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ

ΚΑΤΑΤΑΞΗ ΤΩΝ ΚΑΤΙΟΝΤΩΝ

10.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Στην Αναλυτική Χημεία τα διάφορα ιόντα ταξινομούνται σε ομάδες ανάλογα με τη συμπεριφορά τους σε ορισμένα αντιδραστήρια σε κατάλληλες συνθήκες.

Τα κατίοντα διαιρούνται συνήθως σε πέντε αναλυτικές ομάδες (I, II, III, IV, V), οι οποίες λαμβάνουν το όνομα και από το ομαδικό αντιδραστήριο, με το οποίο καταβυθίζονται τα κατίοντα κάθε ομάδας (πίνακας 10.1.1).

I ομάδα ή ομάδα υδροχλωρικού οξέος: Περιλαμβάνει τα κατίοντα αργύρου, μόλυβδου, υφυδραργύρου. Τα κατίοντα αυτά κατατάσσονται στην ίδια ομάδα, επειδή οι χλωριούχες ενώσεις τους είναι δυσδιάλυτες στο νερό. Καταβυθίζονται χρησιμοποιώντας ως αντιδραστήριο υδροχλωρικό οξύ.

II ομάδα ή ομάδα H_2S : Περιλαμβάνει όσα από τα κατίοντα παραμένουν μετά την καταβύθιση με HCl και σχηματίζουν δυσδιάλυτες θειούχες ενώσεις μετά την προσθήκη (σε ασθενές όξινο περιβάλλον) μικρής συγκεντρώσεως S^{2-} (διαβίβαση H_2S) ή διαλύματος θειοακεταμιδίου CH_3CSNH_2 . Τα κατίοντα αυτά είναι του Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{2+} , Sn^{2+} , παλλαδίου, χρυσού, λευκοχρύσου, καδμίου, αμμωνίου κ.λ.π.

III ομάδα ή ομάδα $(NH_4)_2S$: Περιλαμβάνει τα κατίοντα σιδήρου, αργιλίου, χρωμίου, νικελίου, ψευδαργύρου, μαγγανίου κ.λ.π.. Οι χλωριούχες ενώσεις των κατιόντων αυτών είναι ευδιάλυτες στο νερό· ευδιάλυτες σε ασθενές όξινο περιβάλλον είναι και οι θειούχες, αλλά αδιάλυτες σε αλκαλικό περιβάλλον. Καταβυθίζονται με μεγάλη συγκέντρωση S^{2-} (H_2S) ή $(NH_4)_2S$ ή CH_3CSNH_2 παρουσία NH_4^+ (περίσσεια).

IV ομάδα ή ομάδα $(NH_4)_2CO_3$: Περιλαμβάνει τα κατίοντα του ασβεστίου, βαρίου, στρόντιου, των οποίων τα χλωριούχα και οι θειούχες ενώσεις διαλύονται στο νερό. Τα κατίοντα αυτά κατακρημνίζονται με $(NH_4)_2CO_3$, από αμμωνιακά διαλύματα.

V ομάδα ή ομάδα διαλυτή: Τα κατίοντα μαγνησίου, καλίου, νατρίου και αμμωνίου, λιθίου κλπ., που παραμένουν μετά την καταβύθιση των άλλων ομάδων, αποτελούν την πέμπτη ομάδα. Η ομάδα αυτή δεν έχει κοινό αντιδραστήριο γι' αυτό λέγεται και **διαλυτή ομάδα**.

ΠΙΝΑΚΑΣ 10.1.1**Διαχωρισμός των μεταλλοκατιόντων σε αναλυτικές ομάδες**

Αναλυτικές ομάδες	Μεταλλοκατιόντα	Γενικό αντιδραστήριο ομάδας	Σχηματιζόμενα αντίστοιχα ιζήματα	Χρώμα ιζημάτων
I	Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+}	HCl	AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2	λευκά
II	Hg^{2+} , Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} , As^{3+} , AsO_4^{3-}	H_2S (σε όξινο περιβάλλον) ή CH_3SCNH_2	HgS , CuS , Bi_2S_3 , CdS , SnS , SnS_2 , Sb_2S_3 , Sb_2S_5 , As_2S_3	μαύρα
III	Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ ή $\text{CH}_3\text{SCNH}_2 + \text{NH}_4^+$	Fe_2S_3 , $\text{Al}(\text{OH})_3$, MnS , CoS , NiS , $\text{Cr}(\text{OH})_3$, ZnS	μαύρα ή λευκά ζελατινώδη
IV	Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}	$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	CaCO_3 , BaCO_3 , SrCO_3	λευκά
V	Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , NH_4^+	Διαλυτή	—	—

10.2 Αντιδράσεις ανιχνεύσεως κατιόντων 1ης ομάδας: (Ag^+ , Pb^{2+} , Hg^+).**Εισαγωγικές πληροφορίες.**

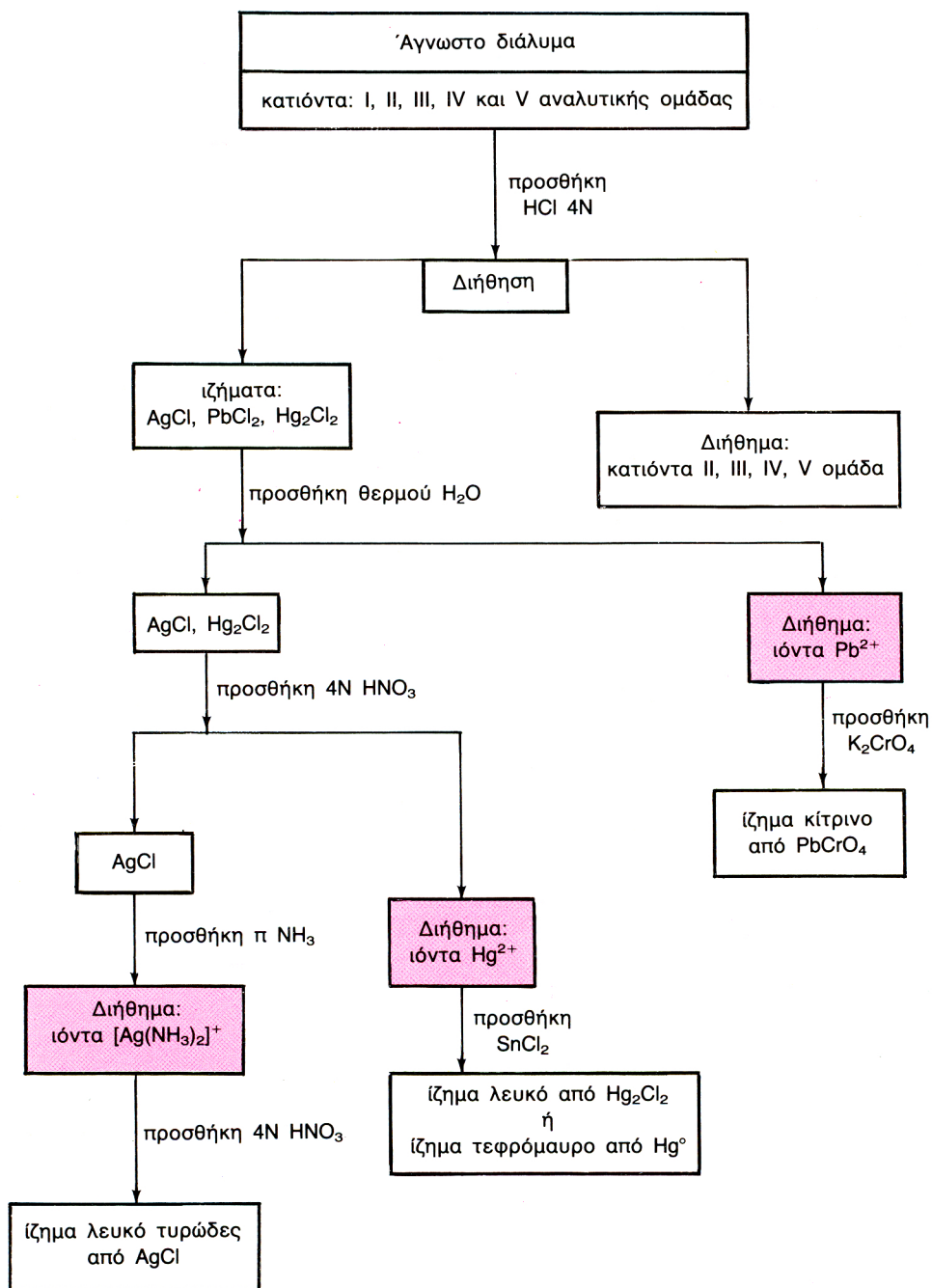
Κατά την προσθήκη υδροχλωρικού οξέος (1^{-4}N) σε άγνωστο διάλυμα καθιζάνουν οι δυσδιάλυτες χλωριούχες ενώσεις τους, οι οποίες έχουν λευκό χρώμα.

Μετά την καταβύθιση των κατιόντων αυτών σαν AgCl , PbCl_2 και Hg_2Cl_2 καίτοι αυτά παρουσιάζουν ομοιότητες, συμπεριφέρονται διαφορετικά απέναντι σε ορισμένα αντιδραστήρια λόγω των χαρακτηριστικών τους ιδιοτήτων. Έτσι γίνονται οι αντιδράσεις ταυτοποιήσεώς τους και διαπιστώνεται η ύπαρξή τους στο εξεταζόμενο άγνωστο διάλυμα (σχ. 10.2α).

Η τεχνική που θα αναφερθεί παρακάτω (παράγρ. 10.2.1), ως προς τη διαδικασία και τα χρησιμοποιούμενα απαραίτητα μικροόργανα (σχ. 10.2β) είναι η ίδια για όλες τις αντιδράσεις.

10.2.1 Τεχνική.

- 1) Σε δοκιμαστικό σωλήνα φέρονται 2 ml του προς εξέταση ελαφρά όξινου διαλύματος $[\text{AgNO}_3 + \text{Hg}(\text{NO}_3)_2 + \text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ ανάμειξη 1 N από τα διαλύματα.
- 2) Προσθέτομε 3–5 σταγόνες 1^{-4}N HCl .
- 3) Με τη βοήθεια λαβίδας μεταφέρομε το δοκιμαστικό σωλήνα σε υδρόλουτρο.
- 4) Αναδεύομε με ράβδο το διάλυμα, ώσπου να σχηματισθεί πλήρως το ίζημα.
- 5) Ψύχομε και διηθούμε από μαλακό ηθμό και εκπλένομε με οξινισμένο διά HCl αποσταγμένο νερό το ίζημα.



Σχ. 10.2α.

Διάγραμμα αναλύσεως κατιόντων 1ης ομάδας

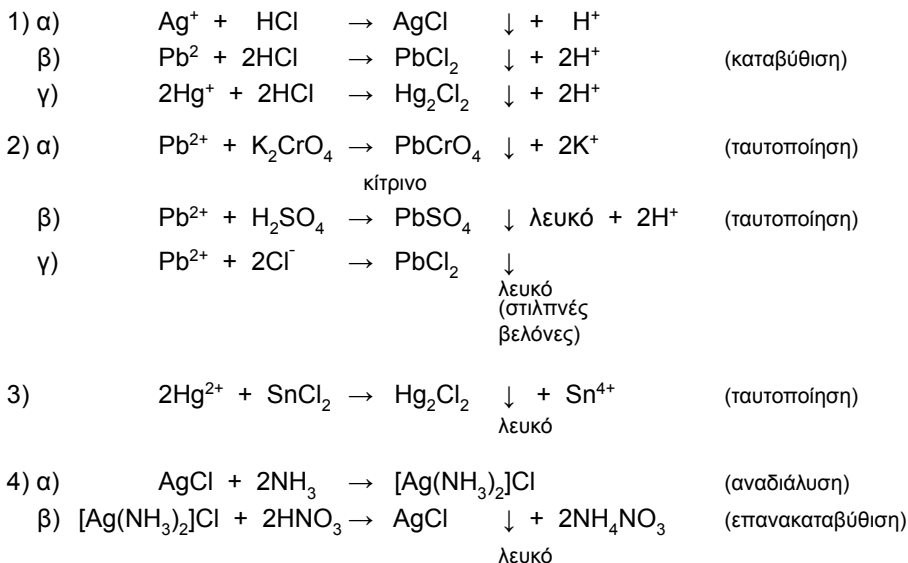


Σχ. 10.2β.

Απαραίτητα όργανα για την πραγματοποίηση χημικών αντιδράσεων
ποιοτικής αναλύσεως.

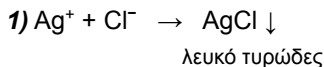
- 6) Το διήθημα φυλάσσεται για τη μελέτη–ανίχνευση των υπολοίπων κατιόντων της II, III, IV, V ομάδας.
- 7) Στον ηθμό τα ιζήματα AgCl , PbCl_2 και Hg_2Cl_2 δέχονται την προσθήκη θερμού νερού, οπότε ο PbCl_2 διαλύεται και λαμβάνεται σαν διήθημα.
- α) Σε ένα μέρος του διηθήματος αυτού, αφού τοποθετηθεί σε δοκιμαστικό σωλήνα, προσθέτουμε διάλυμα K_2CrO_4 0,1 N, οπότε πραγματοποιείται η αντίδραση σχηματισμού του κίτρινου ιζήματος από PbCrO_4 (ανίχνευση – ταυτοποίηση).
- β) Στο άλλο μέρος του διηθήματος προσθέτουμε H_2SO_4 , οπότε σχηματίζεται λευκό ίζημα από PbSO_4 (δυσδιάλυτο).
- γ) Ένα τρίτο μέρος αφήνουμε να ψυχθεί εν ηρεμία, οπότε σχηματίζεται χλωριούχος μόλυβδος PbCl_2 σε χαρακτηριστικούς κρυστάλλους μακρών βελονών.
- 8) Επανερχόμαστε στον ηθμό, όπου έχουν απομείνει τα δύο ιζήματα AgCl και Hg_2Cl_2 και προσθέτουμε λίγες σταγόνες 4N HNO_3 . Διαλυτοποιείται τότε ο Hg_2Cl_2 και μετατρέπεται σε διάλυμα–διήθημα Hg^{2+} , το οποίο με την προσθήκη 2–3 ml διαλύματος SnCl_2 μετατρέπεται σε λευκό ίζημα Hg_2Cl_2 ή σε μεταλλικό μαύρο Hg (αντίδραση ταυτότητας).
- 9) Στον ηθμό προσθέτουμε 2–3 ml πυκνής NH_3 , οπότε ο AgCl αναδιαλύεται σε σύμπλοκο ιόν $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]$.
- Το διήθημα αυτό το οξινίζουμε με σταγόνες 4N HNO_3 και λαμβάνουμε ξανά το λευκό ίζημα AgCl (ταυτοποίηση).

Οι αντιδράσεις που συμμετέχουν στη σειρά αναλύσεως είναι:



10.3 Μεμονωμένες αντιδράσεις ανιχνεύσεως των κατιόντων 1ης ομάδας.

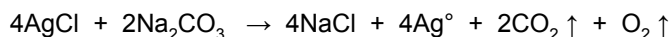
10.3.1 Αντιδράσεις Ag^+ .



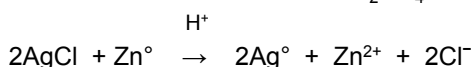
Το ίζημα αυτό είναι αδιάλυτο στο HNO_3 και διαλυτό στην NH_3 , στο $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, στο NaCN και στο KCN και στα πυκνά διαλύματα NaCl , KCl και HCl οξέος.

Το φως αποσυνθέτει τα άλατα του αργύρου, τα οποία αμαυρώνονται και σχηματίζεται ο μεταλλικός άργυρος (Ag°).

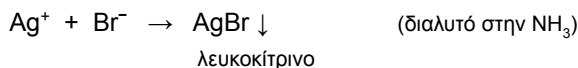
Ο χλωριούχος άργυρος ανάγεται σε μεταλλικό άργυρο αν γίνει σύντηξη με καθορισμένη ποσότητα Na_2CO_3 :



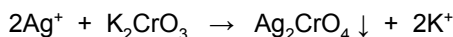
Επίσης ο AgCl ανάγεται σε Ag παρουσία αραιού H_2SO_4 και Zn :



2) Τα ιόντα των υπολοίπων αλογόνων αντιδρούν με τα Ag^+ :



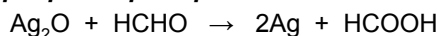
3) Το K_2CrO_4 αντιδρά με τα Ag^+ και παρέχει **καστανοκόκκινο** (κεραμιδί) ίζημα από Ag_2CrO_4 :



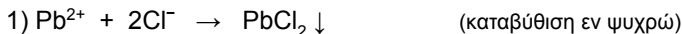
Το ίζημα αυτό διαλύεται από την NH_3 και το HNO_3 .

10.3.2 Πείραμα.

- 1) Σε καθαρό, με χρωμοθειικό οξύ δοκιμαστικό σωλήνα, προσθέτομε 2–3 ml νερού.
- 2) Ακολούθως προσθέτομε 1 ml διαλύματος 2N NH_4OH και 2 ml διαλύματος 0,1 M AgNO_3 .
- 3) Τέλος προσθέτομε 1 ml (στάγδην) αραιού υδατικού διαλύματος φορμαλδεΐδης.
- 4) Μεταφέρομε το σωλήνα σε ποτήρι ζέσεως που περιέχει ζεστό νερό, οπότε δημιουργείται **αντίδραση αναγωγής** του σχηματιζομένου Ag_2O σε μεταλλικό άργυρο. Αυτό διαπιστώνεται από τη μετατροπή των εσωτερικών τοιχωμάτων του κυλίνδρου σε **λαμπερό καθρέπτη**.



10.3.3 Αντιδράσεις Pb^{2+} .

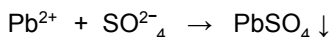
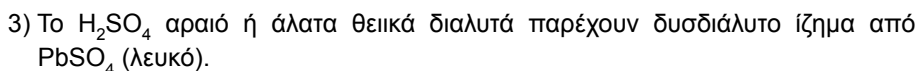
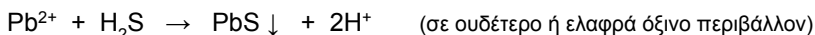
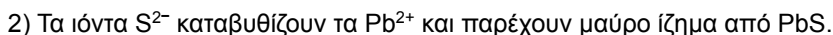


Η διαλυτότητα του λευκού ιζήματος $PbCl_2$ είναι μεγάλη. Αυτό μαρτυρεί ότι η αντίδραση δεν είναι ευαίσθητη και η καταβύθιση επομένως των Pb^{2+} δεν είναι πλήρης.

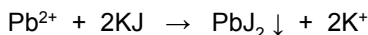
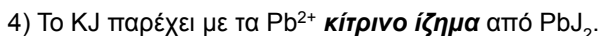
Ακόμη η διαλυτότητα του $PbCl_2$ αυξάνει σημαντικά, καθώς αυξάνεται η θερμοκρασία. Έτσι, ενώ στους $20^\circ C$ είναι $\approx 1\%$, στους $100^\circ C$ ανεβαίνει σε $3,3\%$ περίπου.

Μετά την ψύξη αυτού του διαλύματος αποβάλλονται κρύσταλλοι από PbI_2 (βελόνες στιλπνές ή λέπια).

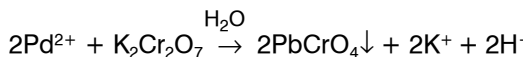
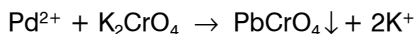
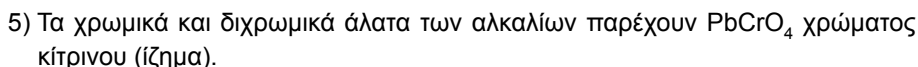
Επίσης ο $PbCl_2$ είναι διαλυτός στα $NaOH$, KOH , $Na_2S_2O_3$.



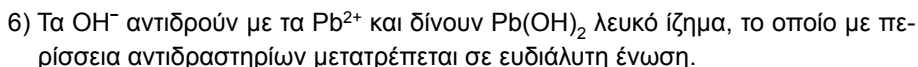
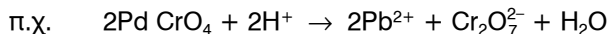
Επειδή η διαλυτότητά του είναι μικρή, η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται για το σταθμικό ποσοτικό προσδιορισμό του μολύβδου. Ο $PbSO_4$ διαλύεται σε πυκνό και θερμό CH_3COONH_4 .



Αυτό είναι δυσδιαλυτότερο από τον $PbCl_2$.



Με την επίδραση HNO_3 και $NaOH$ ο $PbCrO_4$ διαλύεται.

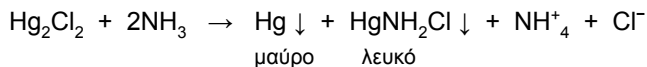


10.3.4 Αντιδράσεις Hg^+ .

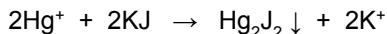


Το σχηματιζόμενο λευκό τυρώδες ίζημα του Hg_2Cl_2 διαλύεται στο πυκνό HNO_3 .

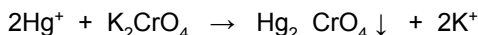
Ο Hg_2Cl_2 αντιδρά με την NH_3 και παρέχει τη **χαρακτηριστική αντίδραση** ανιχνεύσεως των ιόντων Hg^+ :



2) Το KJ αντιδρά με το Hg^+ και παρέχει πρασινοκίτρινο ίζημα από Hg_2J_2 .



3) Τα χρωμικά ιόντα (CrO_4^{2-}) παρέχουν καστανοκόκκινο ίζημα από χρωμικό υδράργυρο:



10.3.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Αν χρησιμοποιηθεί διάλυμα KCN για τη διαλυτοποίηση του AgCl , η αντίδραση θα πραγματοποιηθεί σε απαγωγό και **ποτέ σε όξινο περιβάλλον λόγω της μεγάλης δηλητηριώδους δράσεως των κυανιούχων αλάτων και του HCN .**
- 2) Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται ως πρότυπα για τις αντιδράσεις ανιχνεύσεως είναι 0,1 N.
- 3) Για να διαχωρίσουμε μείγμα AgCl και AgJ χρησιμοποιούμε NH_3 , οπότε διαλύεται μόνο ο AgCl .
- 4) Η παρουσία Pb^{2+} στη II ομάδα δικαιολογείται από το γεγονός ότι είναι ευδιάλυτη στο θερμό νερό (σημαντική διαλυτότητα).
- 5) Η παρουσία Hg^{2+} στη II ομάδα δικαιολογείται λόγω οξειδώσεως των Hg^+ σε Hg^{2+} (διαφορετικές ιδιότητες).

10.4 Αντιδράσεις κατιόντων 2ης ομάδας:

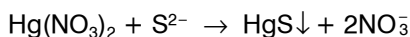
(Hg^{2+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , $\text{Sn}^{2+(4+)}$, Bi^{3+} , $\text{Sb}^{3+(5+)}$, $\text{As}^{3+(5+)}$).

Στο διήθημα που έχει προκύψει από την καταβύθιση, διά HCl οξέος, των ιόντων της πρώτης ομάδας, περιέχονται και τα κατιόντα της δεύτερης ομάδας, των οποίων το γενικό αντιδραστήριο καταβυθίσεως είναι το H_2S ή το CH_3CSNH_2 . Έτσι κατακρημνίζονται θειούχες ενώσεις (ιζήματα μαύρα).

10.4.1 Αντιδράσεις Hg^{2+} .

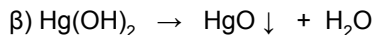
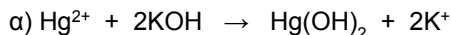
Για την εκτέλεση των πειραμάτων ανιχνεύσεως των Hg^{2+} χρησιμοποιούνται, ως συνήθως, δοκιμαστικοί σωλήνες υδατόλουτρο και ως διάλυμα των ιόντων Hg^{2+} , 0,1N $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ή HgCl_2 (ισχυρό δηλητήριο).

- 1) Το H_2S ή το CH_3CSNH_2 αντιδρά με τα Hg^{2+} οπότε σχηματίζεται τελικά μαύρο ίζημα από HgS .



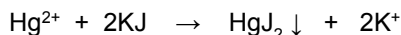
Ο HgS δεν διαλύεται σε κανένα οξύ παρά μόνο με το βασιλικό ύδωρ.

- 2) Με την επίδραση των καυστικών αλκαλίων σχηματίζεται κίτρινο ίζημα από HgO.



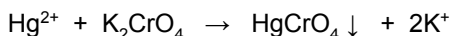
Το HgO είναι προϊόν διασπάσεως του ασταθούς $\text{Hg}(\text{OH})_2$ και είναι διαλυτό στα οξέα.

- 3) Το KJ παρέχει με τα Hg^{2+} κόκκινο ίζημα.

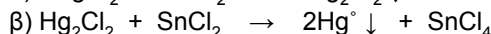
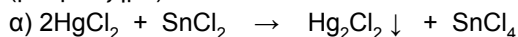


Το ίζημα αυτό διαλύεται σε **περίσσεια του KJ**, οπότε σχηματίζεται **ευδιάλυτη σύμπλοκη ένωση**.

- 4) Τα χρωμικά ιόντα δίνουν κίτρινο ίζημα από HgCrO_4 .



- 5) Ο SnCl_2 ανάγει το δισθενή Hg^{2+} σε μονοσθενή και με περίσσεια σε μεταλλικό (μαύρο ίζημα).

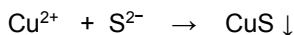


10.4.2 Αντιδράσεις Cu^{2+} .

Για τη μελέτη των αντιδράσεων ανιχνεύσεως των Cu^{2+} χρησιμοποιείται διάλυμα 0,1 N CuSO_4 ή $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$.

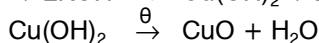
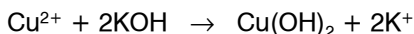
Όλα τα διαλύματα του δισθενούς χαλκού είναι **κυανοπράσινα**.

- 1) Τα ιόντα S^{2-} καταβυθίζουν τα Cu^{2+}

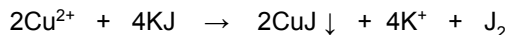


Μαύρο ίζημα, από τις πλέον δυσδιάλυτες ενώσεις του χαλκού, που διαλύεται σε θερμό αραιό HNO_3 .

- 2) Τα καυστικά αλκάλια δίνουν μπλε ίζημα από $\text{Cu}(\text{OH})_2$, το οποίο θερμαινόμενο μετατρέπεται σε μαύρο CuO.

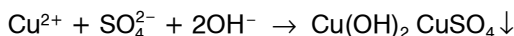


- 3) Το KJ ανάγει τα Cu^{2+} παρέχοντας ελεύθερο ιώδιο και **λευκό ίζημα** από CuJ.

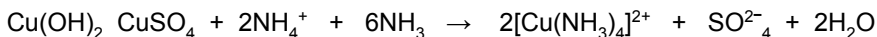


(Η αντίδραση είναι γνωστή στον ιωδιομετρικό προσδιορισμό Cu).

- 4) Η NH_3 (NH_4OH) με τα ιόντα Cu^{2+} παρέχει κυανοπράσινο ίζημα από άλας του χαλκού.

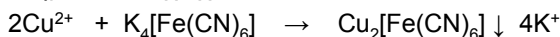


Με περίσσεια NH_3 το ίζημα μετασχηματίζεται σε ευδιάλυτο σύμπλοκο άλας του τετραμινοχαλκού (μπλε χρώμα).

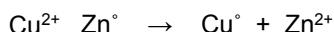


Η αντίδραση αυτή είναι η πιο χαρακτηριστική για την ανίχνευση του Cu^{2+} , λόγω δημιουργίας έντονου μπλε χρώματος.

- 5) Το σιδηροκυανιούχο κάλιο $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ παρέχει με τα Cu^{2+} καστανόχρωμο ίζημα από σιδηροκυανιούχο χαλκό.

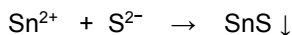


- 6) Ο μεταλλικός Zn ανάγει τα Cu^{2+} και παρέχει κόκκινο ίζημα από μεταλλικό χαλκό.

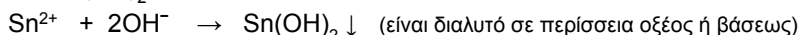


10.4.3 Αντιδράσεις Sn^{2+} .

- 1) Τα θειούχα ιόντα καθιζάνουν καστανό ίζημα από SnS (SnS_2 κίτρινο) διαλυτό σε θερμό HCl 6N



- 2) Τα OH^- ($\text{NaOH} - \text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NH}_4\text{OH}$ κ.λ.π.) παρέχουν ίζημα λευκό ζελατινώδες από $\text{Sn}(\text{OH})_2$



- 3) Επίσης τα Sn^{2+} παρέχουν την αντίδραση οξειδοαναγωγής με τον HgCl_2 (παράγρ. 10.4.1).

10.5 Αντιδράσεις κατιόντων 3ης ομάδας.

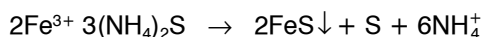


Η αναλυτική ομάδα III περιλαμβάνει αργίλιο, σίδηρο, ψευδάργυρο, μαγγάνιο, νικέλιο, χρώμιο κ.λ.π.. Αυτά περιέχονται στο διήθημα της καταβυθίσεως των ιόντων της II ομάδας και κατακρημνίζονται με το **γενικό αντιδραστήριο** $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ ως θειούχες ενώσεις αυτών ή ως υδροξειδιά τους.

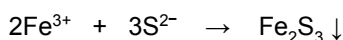
10.5.1 Αντιδράσεις Fe^{3+} .

Για τη μελέτη των αντιδράσεων του Fe^{3+} χρησιμοποιείται ως πρότυπο διάλυμα, διάλυμα 0,1N FeCl_3 .

- 1) α) Σε όξινο περιβάλλον τα Fe^{3+} καταβυθίζονται με $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, σχηματίζοντας μαύρο ίζημα από υποθειούχο σίδηρο και αποβάλλεται θείο (κίτρινο):



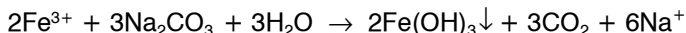
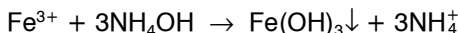
- β) Σε αλκαλικό περιβάλλον καθιζάνει μαύρο ίζημα από Fe_2S_3 :



Το ίζημα αυτό μετατρέπεται σε $\text{Fe}(\text{OH})_3$ διά θερμάνσεως του διαλύματος ή μετά την παραμονή του στον αέρα:



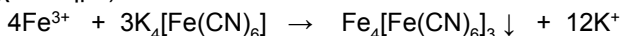
- 2) Η NH_3 , τα καυστικά αλκάλια και τα ανθρακικά αλκάλια καταβυθίζουν τα Fe^{3+} παρέχοντας καστανό ζελατινώδες ίζημα (νιφάδες):



Το ίζημα του $\text{Fe}(\text{OH})_3$ διαλύεται στα οξέα. Δεν διαλύεται σε περίσσεια OH^- (διαφορά από τα Al^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} κ.λ.π.).

Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται για το σταθμικό ποιοτικό προσδιορισμό του σιδήρου.

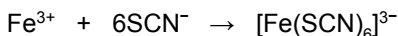
- 3) Το σιδηροκυανιούχο κάλι $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ αντιδρά σε όξινο περιβάλλον με τα Fe^{3+} σχηματίζοντας το **κυανού του Βερολίνου** (μπλε ίζημα από σιδηροκυανιούχο σίδηρο).



Η αντίδραση είναι πολύ ευαίσθητη και χαρακτηριστική για τα Fe^{3+} . Το παραπάνω ίζημα διαλύεται σε διάλυμα οξαλικού οξέος.

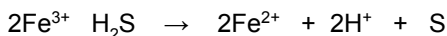
- 4) Το σιδηρικυανιούχο κάλι $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ παρέχει με τα Fe^{3+} καστανό χρώμα μόνο (διαφορά από Fe^{2+}).

- 5) Το KSCN παρέχει **αιματέρυθρο χρώμα**, οφειλόμενο στο σχηματισμό των ιόντων $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$:



Επειδή η αντίδραση αυτή είναι πολύ ευαίσθητη γι' αυτό χρησιμοποιείται για το χρωματομετρικό ή **φασματοφωτομετρικό** προσδιορισμό ιχνών σιδήρου.

- 6) Το H_2S , SO_2 , ο SnCl_2 κ.λ.π. ανάγουν τον τρισθενή σίδηρο σε δισθενή.



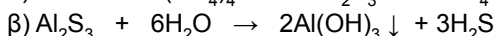
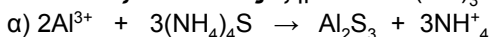
Παρατηρήσεις.

- 1) Ο σίδηρος σχηματίζει ενώσεις δισθενούς και τρισθενούς ιόντος.
- 2) Τα διαλύματα του δισθενούς σιδήρου είναι ανοικτά πράσινα, ενώ του τρισθενούς κίτρινα-καστανά.
- 3) Η περισσότερο σταθερή μορφή είναι η τρισθενής, γιατί ο Fe^{2+} οξειδώνεται από τον ατμοσφαιρικό αέρα σε ενώσεις Fe^{3+} .

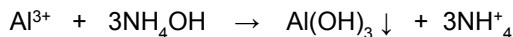
10.5.2 Αντιδράσεις Al^{3+} .

Τα διαλύματα που χρησιμοποιούνται για τις αντιδράσεις ανιχνεύσεως των Al^{3+} μπορεί να είναι: AlCl_3 0,1 N ή κοινής συτυπτηρίας 0,1N ή $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,1N.

- 1) Το $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ καταβυθίζει κατ' αρχήν Al_2S_3 , το οποίο υδρολυόμενο μετατρέπεται σε **λευκό ζελατινώδες** ίζημα από $\text{Al}(\text{OH})_3$.

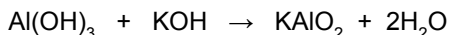


- 2) Η NH_3 (αραιό διάλυμα της $\cong 2\text{N}$) καταβυθίζει ίζημα από $\text{Al}(\text{OH})_3$, του οποίου η διαλυτότητα ελαττώνεται παρουσία NH_4Cl .



Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται στην ποσοτική ανάλυση (σταθμικό προσδιορισμό αργιλίου). Για να είναι πλήρης η καταβύθιση και η συσσωμάτωση του ιζήματος θα πρέπει **να καταβυθισθεί παρουσία NH_4Cl** και με θέρμανση.

- 3) Το KOH και NaOH παρέχουν την ίδια αντίδραση με την NH_3 , αλλά επειδή είναι ισχυρές βάσεις και το pH τους είναι πάνω από 10 αντιδρούν εν συνεχεία – αν είναι σε περίσσεια – με το $\text{Al}(\text{OH})_3$ και σχηματίζουν **αργιλικά άλατα** ευδιάλυτα.



Αυτό συμβαίνει γιατί το $\text{Al}(\text{OH})_3$ έχει **επαμφοτερίζουσες** ιδιότητες (διαλυτό σε οξέα και βάσεις).

Η πλήρης διαλυτοποίηση αφυδατωμένου $\text{Al}(\text{OH})_3$ πραγματοποιείται με πυκνό HCl (εν θερμώ).

Επίσης το $\text{Al}(\text{OH})_3$ διαλυτοποιείται με ουδέτερα τρυγικά άλατα, οπότε σχηματίζονται σύμπλοκες ευδιάλυτες ενώσεις.

Ακόμη η παρουσία οργανικών ενώσεων, όπως το τρυγικό οξύ και το άμυλο, παρεμποδίζουν την καταβύθιση του $\text{Al}(\text{OH})_3$. Προκειμένου να επιτευχθεί η καταβύθιση, πρέπει να καταστραφούν οι οργανικές ουσίες. Αυτό κατορθώνεται με προσθήκη μείγματος διαλυμάτων Na_2CO_3 και KNO_3 , δι' εξατμίσεως μέχρι ξηρού και πυρώσεως του στερεού υπολείμματος.

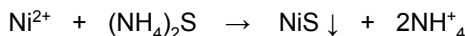
- 4) Το Na_2HPO_4 καταβυθίζει τα Al^{3+} και παρέχει λευκό πηκτωματώδες ίζημα από AlPO_4 :



10.5.3 Αντιδράσεις Ni^{2+} .

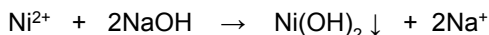
Για τις αντιδράσεις των ιόντων Ni^{2+} χρησιμοποιείται διάλυμα 0,1N NiCl_2 , $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ή NiSO_4 .

- 1) Το $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ παρέχει με διαλύματα ουδέτερα ή αλκαλικά του νικελίου μαύρο ίζημα από NiS .

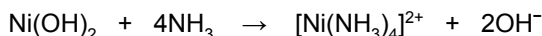


Η καλύτερη καταβύθιση του ιζήματος γίνεται παρουσία $\text{CH}_3\text{COONH}_4$.

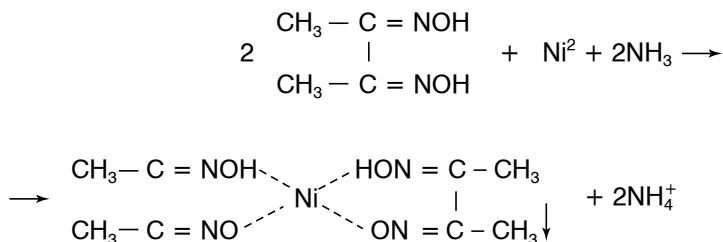
- 2) Το KOH και το NaOH καταβυθίζουν ανοικτοπράσινο ίζημα από $\text{Ni}(\text{OH})_2$



Το ίζημα διαλύεται με προσθήκη περίσσειας NH_3 σχηματίζοντας το ευδιάλυτο σύμπλοκο ιόν.



- 3) Η διμεθυλογλυοξίμη (αλκοολικό διάλυμά της 1%) παρέχει με ιόντα Ni^{2+} , παρουσία αμμωνίας, ροδέρυθρο χαρακτηριστικό ίζημα από νικελο-διμεθυ-λογλυοξίμη:



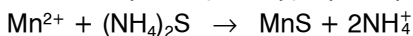
Η αντίδραση χρησιμοποιείται στον ποσοτικό προσδιορισμό του νικελίου.

10.5.4 Αντιδράσεις Mn^{2+} .

Τα διαλύματα που χρησιμοποιούνται για την εκτέλεση των αντιδράσεων του μαγγανίου είναι 0,1N MnCl_2 ή MnSO_4 .

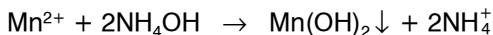
Αναφέρεται ότι τα διαλύματα των αλάτων του μαγγανίου είναι ροζέ.

- 1) Το $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ καταβυθίζει σε αλκαλικό περιβάλλον καστανό ίζημα (στην αρχή έχει χρώμα σάρκας) από MnS . Την καταβύθιση βοηθάει η προσθήκη NH_4Cl .



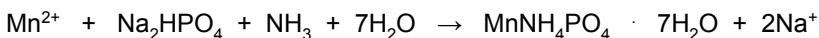
Το MnS είναι διαλυτό στα αραιά οξέα.

- 2) Τα OH^- καταβυθίζουν τα Mn^{2+} παρέχοντας λευκό ίζημα από $\text{Mn}(\text{OH})_2$.



Το ίζημα αυτό οξειδώνεται από τον ατμοσφαιρικό αέρα και σχηματίζεται έτσι το $\text{Mn}(\text{OH})_3$ καστανό ίζημα.

- 3) Το Na_2HPO_4 παρέχει λευκό ίζημα από εναμμώνιο φωσφορικό μαγγάνιο. Η αντίδραση επιτυγχάνεται παρουσία περίσσειας NH_3 .



- 4) Το βισμούθικό νάτριο NaBiO_3 παρουσία αραιού HNO_3 , οξειδώνει τα Mn^{2+} σε MnO_4^- , οπότε εμφανίζεται ιώδες χρώμα:



Η αντίδραση αυτή είναι πολύ ευαίσθητη και χαρακτηριστική για το μαγγάνιο.

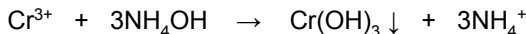
10.5.5 Αντιδράσεις Cr^{3+} .

Για τις αντιδράσεις ανιχνεύσεως των Cr^{3+} χρησιμοποιούνται διαλύματα CrCl_3 ή $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ 0,1 N.

Τα διαλύματα των αλάτων του Cr^{3+} έχουν χρώμα ιώδες ή πράσινο. Τα Cr^{2+} οξειδώνονται εύκολα και στον αέρα προς Cr^{3+} .

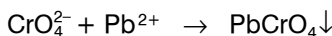
1) Το $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ παρέχει τελικά ίζημα $\text{Cr}(\text{OH})_3$ λόγω υδρολύσεως του θειούχου χρωμίου (βλ. αντιδράσεις Al^{3+} , παράγρ. 10.5.2).

2) Η NH_3 καταβυθίζει τα Cr^{3+} τεφρο-μπλε ή τεφρο-πράσινο ίζημα από $\text{Cr}(\text{OH})_3$



Η περίσσεια της NH_3 δημιουργεί ευδιάλυτα σύμπλοκα άλατα.

3) Το H_2O_2 σε αλκαλικό περιβάλλον οξειδώνει τα Cr^{3+} προς CrO_4^{2-} . Η ανίχνευση αυτών επιτυγχάνεται με Pb^{2+} (κίτρινο ίζημα από χρωμικό μόλυβδο).



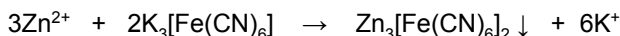
10.5.6 Αντιδράσεις Zn^{2+} .

Για την εκτέλεση των αντιδράσεων του Zn^{2+} χρησιμοποιείται διάλυμα $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0,1N.

1) Διάλυμα $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ καταβυθίζει ίζημα λευκό από ZnS , διαλυτό στα οξέα.

2) Τα OH^- παρέχουν λευκό ίζημα από $\text{Zn}(\text{OH})_2$, ευδιάλυτο σε περίσσεια αλκαλικών διαλυμάτων σχηματιζομένων των ψευδαργυρικών αλάτων.

3) Το $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ παρέχει με τα Zn^{2+} κίτρινωπό ίζημα από σιδηροκυανιούχο ψευδάργυρο.



Τα ιόντα του ψευδαργύρου μπορεί να καταβυθισθούν ως ZnS και στην II αναλυτική ομάδα.

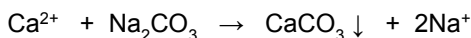
10.6 Αντιδράσεις κατιόντων 4ης ομάδας: (Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+}).

Στο διήθημα της καταβυθίσεως των κατιόντων της III αναλυτικής ομάδας περιέχονται τα κατιόντα της IV και V ομάδας. Το γενικό αντιδραστήριο των κατιόντων Ca^{2+} , Ba^{2+} και Sr^{2+} είναι το $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

10.6.1 Αντιδράσεις Ca^{2+} .

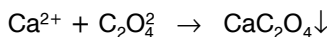
Τα διαλύματα των ιόντων Ca^{2+} είναι άχρωμα. Για τη μελέτη των αντιδράσεων ανιχνεύσεως αυτών χρησιμοποιούνται διαλύματα 0,1 N CaCl_2 ή $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Τα κατιόντα Ca^{2+} δεν υδρολύονται και δεν σχηματίζουν σύμπλοκες ενώσεις.

1) Διάλυμα $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ή Na_2CO_3 καταβυθίζει λευκό άμορφο ίζημα από CaCO_3



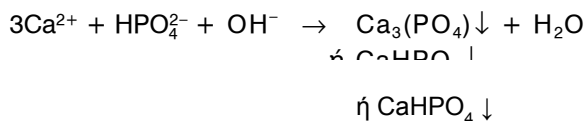
Το CaCO_3 διαλύεται με αραιό διάλυμα HCl .

2) Το οξαλικό αμμώνιο $(\text{COONH}_4)_2$ παρέχει λευκό ίζημα από οξαλικό ασβέστιο.

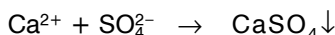


Το ίζημα διαλύεται σε ανόργανα οξέα. Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται για το ποσοτικό σταθμικό προσδιορισμό του.

3) Το Na_2HPO_4 παρουσία NH_3 σχηματίζει με τα Ca^{2+} λευκό ίζημα:

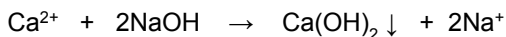


4) Τα SO_4^{2-} παρέχουν με πυκνά διαλύματα ιόντων Ca^{2+} λευκό ίζημα:



Το ίζημα αυτό διαλύεται σε θερμό και αραιό HCl .

5) Το NaOH ή το KOH δίνει λευκό ίζημα από υδροξείδιο του ασβεστίου.

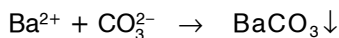


Το NH_4OH δεν παρέχει την αντίδραση αυτή γιατί δεν παρέχει μεγάλη συγκέντρωση OH^- για την καταβύθιση $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

10.6.2 Αντιδράσεις Ba^{2+} .

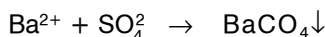
Το χρησιμοποιούμενο διάλυμα για τις αντιδράσεις των ιόντων Ba^{2+} είναι του BaCl_2 (0,1N).

1) Τα $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ή Na_2CO_3 σε ουδέτερα ή αλκαλικά διαλύματα καταβυθίζουν λευκό ίζημα από BaCO_3 .

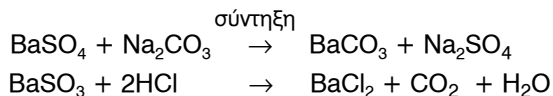


Το ίζημα διαλυτοποιείται από τα οξέα ακόμη και από το CH_3COOH .

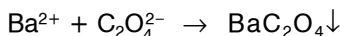
2) Τα SO_4^{2-} παρέχουν **λευκό μικροκρυσταλλικό ίζημα** από θειικό βάριο:



Το ίζημα αυτό, αφού πρώτα μετατραπεί σε BaCO_3 **διά συντήξεως** με Na_2CO_3 , διαλυτοποιείται αν επιδράσμε με HCl .

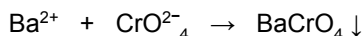


3) Τα οξαλικά ευδιάλυτα άλατα παρέχουν με τα Ba^{2+} λευκό ίζημα.



Η γραμμομοριακή διαλυτότητά του είναι 8 φορές μεγαλύτερη από του οξαλικού ασβεστίου.

4) Τα CrO_4^{2-} ιόντα καταβυθίζουν κίτρινο ίζημα από χρωμικό βάριο.



Το ίζημα αυτό διαλύεται στο αραιό CH_3COOH (διαφορά από το Ca) και σε ισχυρά οξέα.

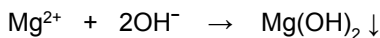
10.7 Αντιδράσεις κατιόντων 5ης ομάδας (Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , NH_4^+).

Στο διήθημα της IV ομάδας περιέχονται τα κατιόντα της διαλυτής ομάδας (V) που είναι τα Mg^{2+} , NH_4^+ , K^+ , Na^+ . Η ομάδα αυτή δεν έχει κοινό αντιδραστήριο και χαρακτηριστικό γνώρισμά της είναι ότι σχηματίζουν πολύ λίγες δυσδιάλυτες ενώσεις.

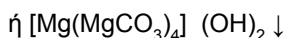
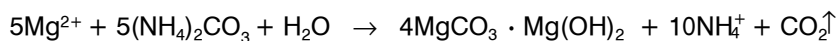
10.7.1 Αντιδράσεις Mg^{2+} .

Το διάλυμα συνήθως που χρησιμοποιείται για την εκτέλεση των αντιδράσεων είναι του $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0,1N.

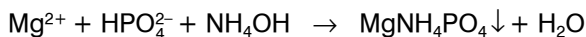
- 1) Τα καυστικά αλκάλια και η NH_3 καταβυθίζουν ποσοτικά (όχι η NH_3) λευκό πηκτωματώδες ίζημα από υδροξείδιο του μαγνησίου.



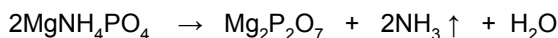
- 2) Το $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ παρέχει εν θερμώ και απουσία NH_4^+ λευκό ίζημα από βασικό ανθρακικό μαγνήσιο.



- 3) Το Na_2HPO_4 παρέχει παρουσία NH_4OH και NH_4Cl **λευκό κρυσταλλικό ίζημα** από εναμμώνιο φωσφορικό μαγνήσιο.



Το ίζημα αυτό πυρούμενο μετατρέπεται σε **πυροφωσφορικό** μαγνήσιο:



Το MgNH_4PO_4 είναι δυσδιάλυτο ίζημα γι' αυτό η αντίδραση χρησιμοποιείται για το σταθμικό ποσοτικό προσδιορισμό του Mg .

10.7.2 Αντιδράσεις NH_4^+ .

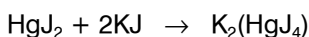
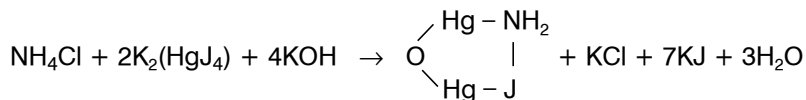
Για τις αντιδράσεις των NH_4^+ χρησιμοποιείται διάλυμα NH_4Cl 0,1N. Τα διαλύματά του NH_4^+ ιόντος είναι άχρωμα.

- 1) Το KOH ή NaOH κατά τη θέρμανσή του με διάλυμα NH_4^+ προκαλεί έκλυση NH_3 , της οποίας η παρουσία ανιχνεύεται από την οσμή (χαρακτηριστικά έντονη) ή με χαρτί φαινολοφθαλεΐνης κ.λ.π. (άχρωμο—κόκκινο) ή τέλος με το σχηματισμό του νέφους NH_4Cl μετά το σχηματισμό, παρουσία ατμών HCl , των μικροσκοπικών κρυστάλλων του NH_4Cl :



- 2) Η πιο ευαίσθητη και χαρακτηριστική αντίδραση ανιχνεύσεως των NH_4^+ προκαλείται με το **αντιδραστήριο Nessler** (αλκαλικό διάλυμα υδραργυροϊωδιούχου καλίου).

Το αντιδραστήριο αυτό παρέχει κιτρινο-καστανό χρώμα ή ίζημα (ανάλογα με τη συγκέντρωση των NH_4^+).



Η αντίδραση αυτή χρησιμεύει για το φασματοφωτομετρικό προσδιορισμό των NH_4^+ .

10.8 Πυροχημική αντίδραση Na^+ και K^+ .

- 1) Τα άλατα του νατρίου χρωματίζουν την οξειδωτική φλόγα του καυστήρα (Bunsen ή Teclu) κίτρινη. Η αντίδραση είναι χαρακτηριστική και σ' αυτήν βασίζεται η **φλογοφωτομετρική** μέθοδος προσδιορισμού των αλκαλίων.

Τα διαλύματα του Na^+ πρέπει να οξινίζονται με HCl έτσι, ώστε το σχηματιζόμενο NaCl , επειδή είναι σταθερό στη θέρμανση, να είναι δύσκολο να μετατραπεί σε οξειδίο αυτού (πτητικό).

- 2) Το KCl χρωματίζει τη φλόγα του λύχνου μωβ (ιώδη). Κατά τα άλλα ισχύουν και εδώ ό,τι και για τα άλατα νατρίου.

ΠΙΝΑΚΑΣ 10.8.1

Χρωματισμοί στοιχείων με πυροχημικές αντιδράσεις*

A/A	Στοιχείο	Χρώμα
1	K	Ιώδες (μωβ)
2	Na	κίτρινο
3	Ba	πρασino-κίτρινο
4	Ca	κόκκινο-κεραμιδί
5	Pb	θαλασσί-γκρι
6	Cu	πράσινο-μπλε
7	Fe	κίτρινο
8	Mn	καστανο-ιώδες (μωβ)
9	Co	μπλε
10	Ni	τεφρο-καστανό

*Επειδή με το τεστ της φλόγας ορισμένα χρώματα στοιχείων είναι πιο έντονα και επικαλύπτουν την ένταση του χρώματος άλλων, δημιουργείται πρόβλημα διακρίσεως και καθορισμού της αποχρώσεως. Αυτό είναι εμπόδιο στην ταυτοποίηση των στοιχείων όταν βρίσκονται σε μείγμα.

10.8.1 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Στις πυροχημικές αντιδράσεις οι ατμοί των στοιχείων προσδίδουν στην οξειδωτική φλόγα χαρακτηριστικό χρώμα ταυτοποίησης τους.
- 2) Η φλόγα αυτή (το χρώμα της) οφείλεται στη μεταπήδηση ορισμένων ηλεκτρονίων (εξώτατης στιβάδας) των ατόμων σε τροχιές με μεγαλύτερη ενέργεια.
- 3) Το χαρακτηριστικό χρώμα μερικών μεταλλικών στοιχείων κατά την πυροχημική τους ανίχνευση περιέχεται στον πίνακα 10.8.1.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΝΔΕΚΑΤΟ

ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΑΝΙΟΝΤΩΝ

11.1 Ταξινόμηση των ανιόντων.

Γενικές πληροφορίες.

Τα ανιόντα δεν έχουν σαφώς κοινή συμπεριφορά απέναντι σ' ορισμένα αντιδραστήρια, όπως συμβαίνει με τα κατιόντα. Γι' αυτό η κατάταξή τους σε ομάδες και ο διαχωρισμός τους παρουσιάζουν αρκετές δυσκολίες.

Μεταξύ των μεθόδων που έχουν προταθεί κατά καιρούς είναι και η κλασική **ταξινόμηση-κατάταξη κατά Bunsen**:

ΠΙΝΑΚΑΣ 11.1.1
Διαχωρισμός ανιόντων σε ομάδες κατά Bunsen

Ομάδες	Ανιόντα	Άλατά τους δυσδιάλυτα	Επίδραση HNO_3	Άλατά τους ευδιάλυτα
1η	Cl^- , Br^- , I^- , CN^- , SCN^- κ.λ.π.	του Ag	Δεν διαλυτοποιούνται	του Ba
2η	NO_2^- , S^{2-} , CH_3COO^- κ.λ.π.	του Ag (σχετικά)	Διαλυτοποιούνται	του Ba
3η	CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ βορικά κ.λ.π.	του Ag και Ba (τα μετ' Ag άχρωμα)	Διαλυτοποιούνται	–
4η	PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, JO_4^- , CrO_4^{2-} κ.λ.π.	του Ag και Ba (τα μετ' Ag έγχρωμα)	Διαλυτοποιούνται	–
5η	NO_3^- , ClO_3^- , MnO_4^- κ.λ.π.	–	–	Ag και Ba
6η	SO_4^{2-} , F^- κ.λ.π.	του Ba	Δεν διαλυτοποιούνται	του Ag
7η	SiO_3 κ.λ.π.	σχηματίζουν συνήθως άλατα του Na και K		

Η μέθοδος αυτή περιλαμβάνει 7 ομάδες και στηρίζεται:

- 1) Στη διαλυτότητα των μετά του **αργύρου** και **βαρίου** αλάτων τους.
- 2) Στην ευκολία με την οποία διαλυτοποιούνται τα άλατα αυτά με νιτρικό οξύ (HNO_3).

Στον πίνακα 11.1.1 ταξινομούνται ονομαστικά τα ανιόντα σε επτά αναλυτικές ομάδες και σημειώνεται ποια άλατα είναι ευδιάλυτα ή δυσδιάλυτα και αν αυτά διαλυτοποιούνται ή όχι στο HNO_3 .

11.1.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Επειδή η ανίχνευση των ανιόντων, μετά από την ταξινόμησή τους σε ομάδες παρουσιάζει δυσκολίες και ατέλειες η μέθοδος που προτιμάμε είναι η ανίχνευσή τους με ξεχωριστές αντιδράσεις. Οι αντιδράσεις αυτές είναι ευαίσθητες και χαρακτηριστικές για κάθε ανιόν, αφού προηγουμένως απομακρυνθούν τα στοιχεία που παρενοχλούν.

Επίσης πριν από τις αντιδράσεις ανιχνεύσεως των ανιόντων απομακρύνονται τα **μεταλλοκατιόντα** (βαρέων), διά προσθήκης Na_2CO_3 . Τότε αυτά καταβυθίζονται ως ανθρακικά ή ως υδροξειδιά τους, οπότε τα διηθούμε και στη συνέχεια οξινίζουμε το διήθημα με HNO_3 (για την εξουδετέρωση του διαλύματος).

Στις επί μέρους μεθόδους αναλύσεως, τις οποίες θα αναφέρομε παρακάτω, για τις ανιχνεύσεις των ανιόντων θα χρησιμοποιηθούν αντιδράσεις, που θα γίνονται απευθείας μεταξύ των διαλυμάτων των στερεών αλάτων τους και των ειδικών αντιδραστηρίων ταυτοποιήσεως της παρουσίας των ανιόντων που εξετάζονται.

Επισημαίνεται ιδιαίτερα ότι δεν θα πρέπει να υπάρχουν κατιόντα στο εξεταζόμενο διάλυμα, εκτός των Na^+ , K^+ και NH_4^+ .

11.2 Ανιόντα 1ης ομάδας.

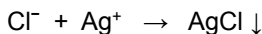
Τα χλωριούχα, ιωδιούχα, βρωμιούχα, κυανιούχα και θειοκυανιούχα ανιόντα παρέχουν με τα Ag^+ ιζήματα που διαλυτοποιούνται στο HNO_3 , ενώ με τα ιόντα Ba^{2+} δεν παρέχουν ίζημα.

11.2.1 Αντιδράσεις Cl^- .

Οι περισσότερες χλωριούχες ενώσεις είναι ευδιάλυτες στο νερό. Εξαιρούνται ο AgCl , PbCl_2 , Hg_2Cl_2 , CuCl και μερικές άλλες.

Για την εκτέλεση των αντιδράσεων Cl^- χρησιμοποιείται διάλυμα NaCl 0,1 N.

- 1) Τα Ag^+ , σε ουδέτερο ή ελαφρά όξινο περιβάλλον καταβυθίζουν λευκό τυρώδες ίζημα από AgCl (παράγρ. 10.2.1).

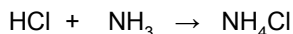
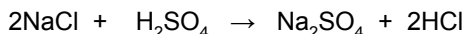


Ο διαχωρισμός του AgCl από τα ιζήματα των AgBr και AgI γίνεται με τη χρήση των αντιδραστηρίων **Miller** (αραιό αμμωνιακό διάλυμα AgNO_3) στο οποίο διαλύεται ο AgCl .

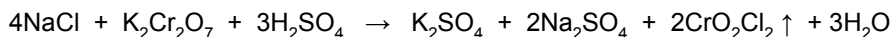
Το διάλυμα Miller αποτελεί μείγμα τριών διαλυμάτων (από 0,01 M AgNO_3 , από 0,25 M NH_4OH και από 0,25 M KNO_3).

2) Τα Hg^{2+} παρέχουν λευκό ίζημα από Hg_2Cl_2 (παράγρ. 10.3.1).

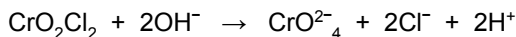
3) Πυκνό διάλυμα H_2SO_4 (ισχυρό και μη πτητικό οξύ) αντιδρά με τα χλωριούχα άλατα (NaCl) οπότε σχηματίζεται HCl αέριο, το οποίο ανιχνεύεται από το σχηματισμό νέφους NH_4Cl παρουσία NH_3 :



4) Το $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ παρουσία H_2SO_4 όταν θερμανθεί με στερεά χλωριούχα άλατα προκαλεί έκλυση καστανερύθρων ατμών από χλωριούχο χρωμύλιο:



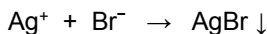
Οι ατμοί αυτοί διαβιβάζονται σε διάλυμα NaOH μετατρέπονται σε CrO_4^{2-} (χρώμα κίτρινο):



11.2.2 Αντιδράσεις Br^- .

Τα άλατά τους είναι δυσδιαλυτότερα των χλωριούχων και οξειδώνονται ευκολότερα προς Br_2 από τα Cl^- . Το αντιδραστήριο που χρησιμοποιείται για την αντίδραση των Br^- είναι 0,1 N KBr .

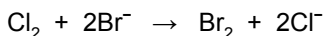
1) Τα Ag^+ παρέχουν με τα Br^- λευκοκίτρινο ίζημα:



Το ίζημα αυτό διαλύεται από πυκνή NH_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, KCN .

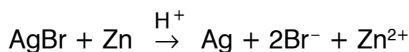
2) Επίσης παρέχει τις αντιδράσεις 3 και 4 της παραγράφου 11.2.1 των Cl^- .

3) Το χλωριούχο νερό αντιδρά με τα Br^- ελευθερώνοντας μοριακό βρώμιο:



Η προσθήκη χλωροφορμίου (CHCl_3) διαλύει το Br_2 και χρωματίζει καστανοκίτρινη στιβάδα.

4) Ο μεταλλικός Zn ανάγει τον AgBr σε μεταλλικό παρουσία H_2SO_4 ή CH_3COOH :



5) Η φλουορεσκεΐνη $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_8$ αντιδρά με το ελεύθερο Br_2 , οπότε εμφανίζεται κόκκινο απαλό χρώμα από το σχηματισμό της βρωμο-φλουορεσκεΐνης (eosin) (εωσίνης) ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Br}_4\text{O}_5$).

Η αντίδραση ακολουθεί την εξής τεχνική:

α) Το θρωμιούχο διάλυμα θερμαίνεται σε δοκιμαστικό σωλήνα μετά από προσθήκη KMnO_4 και αραιό H_2SO_4 .

β) Τεμάχιο απορροφητικού χάρτη, το οποίο έχει εμβαπτισθεί σε αλκοολικό διάλυμα φλουορεσκεΐνης 50% και έχει ξηρανθεί, φέρεται στο χείλος του σωλή-

να, όπου με την έκλυση ατμών σχηματίζεται επάνω στον απορροφητικό χάρτη ανοικτή **κόκκινη κηλίδα**.

11.2.3 Αντιδράσεις J^- .

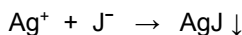
Τα περισσότερα ιωδιούχα άλατα είναι διαλυτά στο νερό. Εξαιρέση αποτελούν ο AgJ , PbJ_2 , Hg_2J_2 , HgJ_2 και μερικά άλλα, τα οποία είναι δυσδιάλυτα.

Έχουν τις ίδιες ιδιότητες με τα Cl^- και Br^- άλατα και είναι λίγο δυσδιαλυτότερα από τα βρωμιούχα.

Τα J^- είναι αναγωγικά σώματα, κυρίως σε όξινο περιβάλλον, οπότε οξειδώνονται σε ελεύθερο J_2 (ιωδιομετρία). Παρουσιάζουν τη χαρακτηριστική τάση να αποτελούν τους υποκαταστάτες στη συγκρότηση των συμπλόκων ιόντων, όπως π.χ. του $[HgJ_4]^{2-}$.

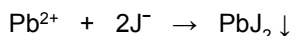
Το KJ είναι το διάλυμα που χρησιμοποιείται για τις αντιδράσεις των J^- .

1) Τα Ag^+ παρέχουν κίτρινο ίζημα:

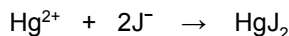


Το ίζημα είναι πρακτικά αδιάλυτο στην NH_3 (διαφορά από το $AgCl$ και $AgBr$) και διαλυτό στο $Na_2S_2O_3$.

2) Τα Pb^{2+} καταβυθίζουν κίτρινο ίζημα από PbJ_2 .



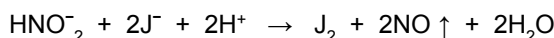
3) Τα Hg^{2+} παρέχουν κόκκινο ίζημα από HgJ_2 .



4) Τα Cu^{2+} ανάγονται προς Cu^+ παρουσία J^- σχηματιζόμενου του **λευκοκίτρινου** ιωδιούχου υποχαλκού (CuJ) και του ελεύθερου (J_2).



5) Το νιτρώδες οξύ ($NaNO_2 + CH_3COOH$) ελευθερώνει μοριακό ιώδιο, το οποίο ανιχνεύεται με διάλυμα αμύλου (μπλε χρώμα).



Την αντίδραση αυτή δεν παρέχουν τα Cl^- και τα Br^- .

6) Τα J^- οξειδώνονται από το χλωριούχο νερό προς ελεύθερο J_2 , το οποίο με προσθήκη $CHCl_3$ ή CCl_4 χρωματίζει τη στιβάδα ερυθροϊώδη.

7) Τέλος παρέχει τις αντιδράσεις 3 και 4 της παραγράφου 11.2.1 των Cl^- .

11.3 Διαχωρισμός και ανίχνευση ιόντων J^- Br^- και Cl^- .

11.3.1 Τεχνική ανίχνευσης J^- και Br^- .

1) Λαμβάνεται ένα μέρος (μισό) του υπό εξέταση διαλύματος σε δοκιμαστικό σωλήνα.

- 2) Προσθέτομε 1 – 2 ml νιτρώδες οξύ ($\text{NaNO}_3 - \text{CH}_3\text{COOH}$) και 1 ml CHCl_3 , οπότε το σχηματιζόμενο ελεύθερο J_2 χρωματίζει τη **στιβάδα ερυθροΐδη**.
- 3) Απομακρύνεται η στιβάδα του CHCl_3 με τη βοήθεια ηθμού.
- 4) Προσθέτομε νέα ποσότητα CHCl_3 και χλωριούχο νερό, οπότε τα Br^- οξειδώνονται προς Br_2 και εμφανίζεται **καστανοκίτρινη χροιά**.

11.3.2 Τεχνική ανιχνεύσεως Cl^- .

- 1) Στο άλλο μισό του διαλύματος προσθέτομε μέχρι όξινης αντιδράσεως HNO_3 και περίσσεια AgNO_3 .
- 2) Το σχηματιζόμενο μείγμα ίζημάτων διηθείται και εκπλύνεται.
- 3) Προσθέτομε στον ηθμό 1 ml 1 M διαλύματος NH_3 , οπότε ο AgCl , ως ευδιαλυτότερος από τον AgBr και τον AgJ , διαλύεται.
- 4) Στο λαμβανόμενο ίζημα προσθέτομε σταγόνες HNO_3 , οπότε το σύμπλοκο του $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ μεταπίπτει σε AgCl λευκό ίζημα και συνεπώς διαπιστώνεται η ύπαρξη Cl^- .

ΜΕΜΟΝΩΜΕΝΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΑΝΙΟΝΤΩΝ

11.4 2η ομάδα.

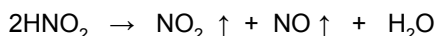
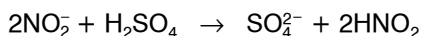
11.4.1 Αντιδράσεις NO_2^- .

Αντιδραστήριο που χρησιμοποιείται: διάλυμα NaNO_2 ή KNO_2 0,1 N.

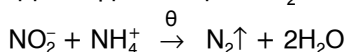
Αντιδραστήριο Griess. Η αντίδραση Griess είναι η πιο ειδική και ευαίσθητη για την ανίχνευση των NO_2^- γι' αυτό χρησιμοποιείται για το φασματοφωτομετρικό προσδιορισμό τους (βλ. «Ποιοτικός έλεγχος υλικών», έκδοση Ιδρύματος Ευγενίδου) στο νερό. Το τεστ αυτό βασίζεται στο σχηματισμό έντονου κόκκινου αζωχρώματος (σύζευξη NO_2^- και αμινών).

Για την πραγματοποίηση της αντιδράσεως απαιτείται ανάμειξη διαλυμάτων σουλφανιλικού οξέος και α-ναφθιλαμίνης παρουσία CH_3COOH και των NO_2^- οπότε σχηματίζεται μετά από λίγο το έγχρωμο αζώχρωμα.

- 1) Τα H^+ διασπούν τα NO_2^- σχηματιζόμενου $\text{NO}_2\uparrow$ (καφέ αερίου):



- 2) Το NH_4Cl μετά από θέρμανση με διάλυμα NO_2^- διασπά αυτά σε αέριο N_2 .

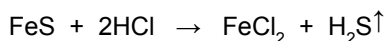


Τέλος τα NO_2^- ιόντα παρέχουν όλες τις αντιδράσεις των NO_3^- ιόντων πλην της αντιδράσεως Griess.

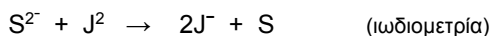
11.4.2 Αντιδράσεις S^{2-} .

Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα 0,1 N Na_2S .

- 1) Ο οξικός μόλυβδος $-(CH_3COO)_2Pb$ με τα S^{2-} δημιουργεί μαύρο ίζημα από PbS [μελάνωση χάρτη $(CH_3COO)_2Pb$].
- 2) Τα αραιά οξέα αντιδρούν με τα S^{2-} και εκλύουν H_2S αέριο χαρακτηριστικής οσμής (αλλοιωμένου αυγού):



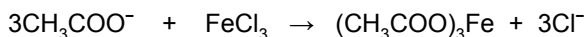
- 3) Το J_2 οξειδώνει τα S^{2-} προς θείο:



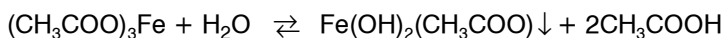
11.4.3 Αντιδράσεις CH_3COO^- .

Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα CH_3COONa 0,1 N.

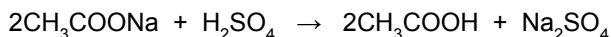
- 1) Διάλυμα $FeCl_3$, σε ουδέτερο διάλυμα CH_3COO^- , παρέχει σκοτεινό κόκκινο χρώμα από $(CH_3COO)_3Fe$:



Διά θερμάνσεως αραιού διαλύματος καταβυθίζεται κόκκινο ίζημα από βασικό οξικό σίδηρο (υδρόλυση).



- 2) Το αραιό H_2SO_4 αντιδρά με οξικά άλατα και σχηματίζεται οξικό οξύ που αναγνωρίζεται από την οσμή ξιδιού.

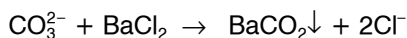


11.5 3η ομάδα.

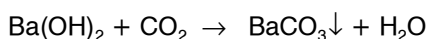
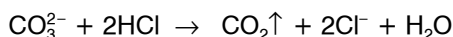
11.5.1 Αντιδράσεις CO_3^{2-} .

Διάλυμα που χρησιμοποιείται για τις αντιδράσεις: 0,1 N Na_2CO_3 .

- 1) Διάλυμα $CaCl_2$ ή $BaCl_2$ καθιζάνει λευκά ιζήματα:



- 2) Αραιό διάλυμα HCl διασπά τα CO_3^{2-} προς CO_2 , το οποίο ανιχνεύεται διά διαβί- βάσεώς του σε διάλυμα $Ba(OH)_2$, οπότε καθιζάνει ίζημα από $BaCO_3$ (λευκό).



Παρατήρηση.

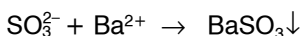
- 1) Επειδή τα SO_3^{2-} και τα $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ παρεμποδίζουν την αντίδραση των CO_3^{2-} , γι' αυτό πριν από την ανίχνευσή τους προσθέτουμε στο διάλυμα σταγόνες H_2O_2 , οπότε τα παραπάνω ανιόντα οξειδώνονται σε SO_3^{2-} .
- 2) Αν σε νερό συνυπάρχουν CO_3^{2-} και HCO_3^- τα τελευταία ανιχνεύονται διά προσθήκης NH_3 , οπότε σχηματίζεται λευκό ίζημα:

$$\text{Ca}^{2+} + 2\text{HCO}_3^- + \text{NH}_3 \rightarrow \text{CaCO}_3 \downarrow + \text{NH}_4^+ + \text{HCO}_3^-$$

11.5.2 Αντιδράσεις SO_3^{2-} .

Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα Na_2SO_3 0,1N.

- 1) Τα Ba^{2+} παρέχουν με τα SO_3^{2-} λευκό ίζημα από BaSO_3 .



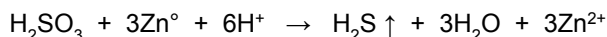
Το ίζημα αυτό είναι διαλυτό στα αραιά οξέα.

- 2) Τα αραιά οξέα αντιδρούν με τα SO_3^{2-} εκλυόμενου SO_2 :



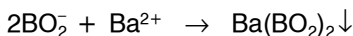
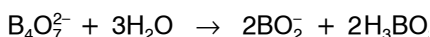
Το πνιγηρό αυτό αέριο, ανιχνεύεται, αν διαβιβασθεί σε **διάλυμα ιωδίου και αμύλου, το οποίο και αποχρωματίζει**. Αποχρωματίζει επίσης όξινο διάλυμα KMnO_4 .

- 3) Το H_2O_2 οξειδώνει τα θειώδη άλατα προς θειικά $\text{SO}_3^{2-} \rightarrow \text{SO}_4^{2-}$
- 4) Επίσης ο Zn σε όξινο περιβάλλον ανάγει τα θειώδη διαλύματα προς S ή H_2S :

**11.5.3 Αντιδράσεις BO_2^- , BO_2^- , $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$.**

Χρησιμοποιούμενο διάλυμα βόρακα: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0,1N.

- 1) Το BaCl_2 με πυκνά διαλύματα $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ παρέχει λευκό ίζημα και βορικό οξύ, αφού προηγουμένως υδrolυθεί σε μεταβορικό άλας.



- 2) Το περισσότερο χαρακτηριστικό τεστ για την ανίχνευση των βορικών ιόντων είναι αυτό με το χάρτη Curcuma. Αν λοιπόν σε διάλυμα βορικών ιόντων και σε όξινο περιβάλλον εμβαπτισθεί χάρτης Curcuma, τότε ξηραίνόμενος γίνεται **κα-στανοκόκκινος**. Το KOH ή NaOH μετατρέπει το χρώμα σε πρασινόμαυρο.
- 3) Όλες οι πτητικές ενώσεις του βορίου καίονται και παρέχουν **πράσινη** φλόγα. Ένα αντιπροσωπευτικό πείραμα φλόγας έχει ως εξής: Σε μικρή κάψα φέρονται 1–2 ml διαλύματος βόρακα. Με ήπια φλόγα εξατμίζουμε μέχρι ξηρού. Μετά από ψύξη

προσθέτομε 1 ml μεθυλικής ή αιθυλικής αλκοόλης και 2–3 σταγόνες πυκνού H_2SO_4 , οπότε σχηματίζεται ο βορικός τριμεθυλεστέρας $(\text{CH}_3)_3\text{BO}_3$. Αυτός αναφλεγόμενος καίγεται με πράσινη φλόγα.

Παρατηρήσεις.

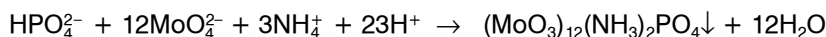
- 1) Τα άλατα του βορικού οξέος αντιστοιχούν στο μεταβορικό οξύ HBO_2 ή στο τετραβορικό οξύ $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$.
- 2) Όλα τα άλατα του βορίου, εκτός του K^+ , Na^+ και NH_4^+ , είναι δυσδιάλυτα. Διαλύονται όμως σε όξινο περιβάλλον.
- 3) Το H_3BO_3 είναι ασθενές οξύ σε μορφή ευδιάλυτης λευκής ουσίας.

11.6 4η ομάδα.

11.6.1 Αντιδράσεις PO_4^{3-} .

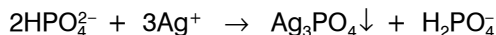
Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο διάλυμα: 0,1N Na_2HPO_4 .

- 1) Το $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, παρουσία HNO_3 και NH_4NO_3 παρέχει **κίτρινο κρυσταλλικό ίζημα** από φωσφορομολυβδαινικό αμμώνιο.

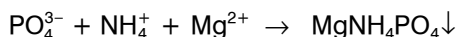


Το ίζημα διαλύεται σε περίσσεια NH_3 και NaOH ή KOH

- 2) Τα Ag^+ παρέχουν κίτρινο ίζημα από Ag_3PO_4 .



- 3) Τα ιόντα Mg^{2+} , παρουσία NH_3 και NH_4^+ καταβυθίζουν λευκό ίζημα από MgNH_4PO_4 :

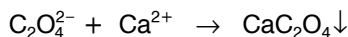


Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται στο σταθμικό προσδιορισμό του N, όπου το MgNH_4PO_4 διά πυρώσεως μετατρέπεται σε $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$.

11.6.2 Αντιδράσεις $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$.

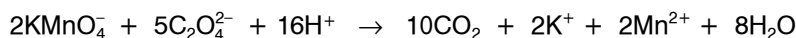
Το $(\text{COONa})_2$ ή $(\text{COONH}_4)_2$ είναι τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται για τις αντιδράσεις των $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ιόντων.

- 1) Τα Ca^{2+} καταβυθίζουν, σε ουδέτερο ή ελαφρά όξινο περιβάλλον λευκό κρυσταλλικό ίζημα από CaC_2O_4 .



Το ίζημα είναι αδιάλυτο στο αραιό CH_3COOH .

- 2) Το KMnO_4 **αποχρωματίζεται** (ανάγεται) από τη συνθέρμανσή του με οξαλικό οξύ ή άλατα αυτού σε όξινο περιβάλλον (H_2SO_4).

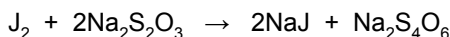


Η αντίδραση χρησιμοποιείται στην οξειδιομετρία ή υπερμαγνηομετρία.

11.6.3 Αντιδράσεις $S_2O_3^{2-}$.

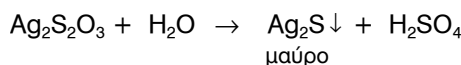
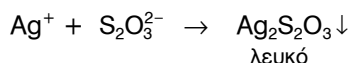
Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα 0,1 N $Na_2S_2O_3$.

- 1) Το J_2 (διάλυμά του) ανάγεται από τα $S_2O_3^{2-}$ προς J^- και έτσι αποχρωματίζεται το καστανοκίτρινο διάλυμά του.



Η αντίδραση είναι βασική στην ιωδιομετρία (ποσοτική ανάλυση).

- 2) Περίσσεια Ag^+ σχηματίζουν λευκό ίζημα από $Ag_2S_2O_3$, το οποίο μετά παραμονή του μετατρέπεται σε κίτρινο, καφέ και τελικά μαύρο ίζημα από Ag_2S :



- 3) Τα $S_2O_3^{2-}$ αντιδρούν με τα οξέα και σχηματίζουν θείο με σύγχρονη έκλυση SO_2 .



Η έκλυση του SO_2 ανιχνεύεται από τη μετατροπή του χρώματος οξινομένου διαλύματος $K_2Cr_2O_7$ **από κίτρινο σε πράσινο**.

11.7 5η ομάδα.

11.7.1 Αντιδράσεις NO_3^- .

Για τις αντιδράσεις των NO_3^- χρησιμοποιείται διάλυμα 0,1 N $NaNO_3$ ή KNO_3 .

- 1) Κορεσμένο διάλυμα $FeSO_4$ (Fe^{2+}) σε ισχυρά όξινο περιβάλλον από H_2SO_4 παρουσία NO_3^- σχηματίζει δακτύλιο καστανού χρώματος από το σύμπλοκο νιτροθειικό σίδηρο (Fe^{3+}) – $Fe(NO)SO_4$.

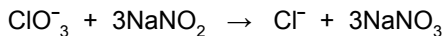
Την αντίδραση αυτή παρέχουν και τα NO_2^- τα οποία **απομακρύνονται με προσθήκη ουρίας**.

- 2) Η διφαινυλαμίνη (0,5% β.ο. σε H_2SO_4) παρέχει μπλε χρώμα (οξειδωση της διφαινυλαμίνης).
- 3) Η προσθήκη βρυκίνης (διάλυμα 5% β.ο. σε CH_3COOH) παρουσία H_2SO_4 παρέχει καστανέρυθρο χρώμα.
- 4) Τα NO_3^- παρουσία Zn και όξινου περιβάλλοντος ανάγονται προς NO_2^- . Αυτά εν συνεχεία ανιχνεύονται με την αντίδραση Petter-Griess.

11.7.2 Αντιδράσεις ClO_3^- .

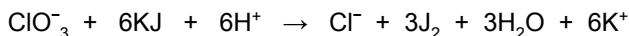
Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα 0,1N $KClO_3$.

- 1) Παρέχει την αντίδραση 2 των NO_3^- [παράγρ. 11.7.1(2)].
- 2) Τα ιόντα των νιτρωδών αλάτων (NaNO_2) σε όξινο περιβάλλον ανάγουν τα ClO_3^- σε Cl^- .



Τα Cl^- ανιχνεύονται με AgNO_3 , ενώ η αναγωγή των ClO_3^- μπορεί να επιτευχθεί και με Zn ή φορμόλη.

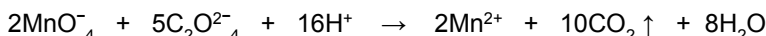
- 3) Το KJ παρουσία ισχυρού οξέος ανάγει τα ClO_3^- σε Cl^- και ελευθερώνει J_2 :



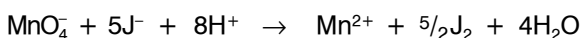
11.7.3 Αντιδράσεις MnO_4^- .

Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα 0,1N KMnO_4 .

- 1) Τα οξαλικά ιόντα $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ **αποχρωματίζουν** το διάλυμα KMnO_4 παρουσία H_2SO_4 :



- 2) Επίσης όλα τα αναγωγικά σώματα, όπως τα ιόντα SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, J^- , NO_2^- κ.λ.π. ανάγουν τα MnO_4^- παρουσία H_2SO_4 οπότε επέρχεται ο αποχρωματισμός τους:



Η αντίδραση παρέχει καστανοκίτρινο χρώμα, επειδή σχηματίζεται ελεύθερο ιώδιο.

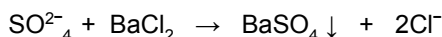
Οι παραπάνω αντιδράσεις χρησιμοποιούνται στην ογκομετρική ποσοτική ανάλυση.

11.8 6η Ομάδα.

11.8.1 Αντιδράσεις SO_4^{2-} .

Για τις αντιδράσεις των SO_4^{2-} χρησιμοποιείται διάλυμα 0,1 N Na_2SO_4 .

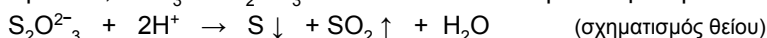
Το BaCl_2 καταβυθίζει τα SO_4^{2-} σε όξινο περιβάλλον από HCl λευκό μικροκρυσταλλικό ίζημα από BaSO_4 .



Το ίζημα είναι αδιάλυτο στα οξέα και την αντίδραση παρεμποδίζουν τα CO_3^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$. Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται για τον ποσοτικό σταθμικό προσδιορισμό των SO_4^{2-} .

Παρατήρηση.

Επειδή τα S^{2-} , SO_3^{2-} και $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ιόντα δυσκολεύουν την αντίδραση των SO_4^{2-} :





Έτσι για τη διάκριση του $BaSO_4$ προσθέτουμε στο διάλυμα καταβυθίσεως $KMnO_4$, οπότε σχηματίζονται κρύσταλλοι ροζ χρώματος (παγίδευση $KMnO_4$ στο πλέγμα του $BaSO_4$).

11.8.2 Πείραμα.

- 1) Σε 3–5 ml διαλύματος SO_3^{2-} (άγνωστο διάλυμα) οξινισμένο διά HCl οξέος,
- 2) προστίθενται 5 ml $KMnO_4$ N/100 και διάλυμα $BaCl_2$ 10%,
- 3) προσθέτουμε σταγόνα H_2O_2 και ανάγομε την περίσσεια του $KMnO_4$ (αποχρωματισμός), οπότε το ίζημα παραμένει ροζ, γεγονός που ταυτοποιεί την ύπαρξη (σχηματισμό) $BaSO_4$ και
- 4) το παγιδευμένο $KMnO_4$ δεν αντιδρά με το H_2O_2 .

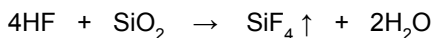
11.8.3 Αντιδράσεις F^- .

Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα NaF 0,1 N.

Το HF είναι το μόνο οξύ που αντιδρά με το SiO_2 . Φυλάσσεται σε πλαστικά δοχεία, γιατί αντιδρά με τα πυριτικά.

Αυτή η ιδιότητά του χρησιμεύει για την ανίχνευσή του.

Τα F^- παρουσία πυκνού H_2SO_4 και εν θερμώ εκλύουν αέριο HF , το οποίο διαβιβαζόμενο σε γυάλινο σωλήνα αντιδρά με το γυαλί και σχηματίζεται θόλωμα από SiF_4 (πηκτικό σώμα).



Η αντίδραση χρησιμοποιείται για τον ποσοτικό προσδιορισμό του SiO_2 .

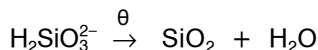
11.9 7η ομάδα.

11.9.1 Αντιδράσεις SiO_3^{2-} .

Χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο: διάλυμα Na_2SiO_3 .

- 1) Το HCl αντιδρά με τα πυριτικά άλατα και σχηματίζει πηκτή από H_2SiO_3 (ζελατινώδες ίζημα).

Το ίζημα αυτό θερμαινόμενο διασπάται, οπότε παραμένει ο ανυδρίτης SiO_2 :



- 2) Παρέχει την αντίδραση της παραγράφου 11.8.2.
- 3) Τα SiO_3^{2-} αντιδρούν με το μολυβδαινικό αμμώνιο και σχηματίζουν πυριτιομολυβδαινικό οξύ, το οποίο ανάγεται από διάλυμα βενζιδίνης προς **κυανούν του μολυβδαινίου**. Η αντίδραση αυτή χρησιμοποιείται για το φασματοφωτομετρικό προσδιορισμό του SiO_2 του νερού.
(βλ. «Ποιοτικός έλεγχος υλικών» έκδοση Ιδρύματος Ευγενίδου).

Ερωτήσεις – Τεστ.

Οι παρακάτω προτάσεις είναι ή σωστές ή λάθος. Απαντήσετε με το γράμμα «Σ», αν νομίζετε πως είναι σωστές και με το γράμμα «Δ» αν νομίζετε πως είναι λάθος.

- 1) Ο AgCl χαρακτηρίζεται σαν ζελατινώδες λευκό ίζημα.
- 2) Τα ιόντα Cu^{2+} περιλαμβάνονται στην ομάδα του $(\text{NH}_4)_4\text{CO}_3$.
- 3) Ο PbCl_2 είναι ίζημα (στιλπνές βελόνες) δυσδιαλυτότερο του PbSO_4 .
- 4) Ο AgCl είναι ευδιάλυτος στην NH_3 παρέχοντας σύμπλοκο ιόν.
- 5) Ο Zn ανάγει τα ιόντα Cu^{2+} σε κόκκινο μεταλλικό χαλκό.
- 6) Το $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ παρέχει με τα ιόντα Pb^{2+} κεραμιδί ίζημα από PbCrO_4 .
- 7) Η NH_3 ανάγει το χλωριούχο υφυδράργυρο (Hg_2Cl_2 καλομέλας) σε μεταλλικό Hg και σχηματίζει συγχρόνως λευκό ίζημα από HgNH_2Cl .
- 8) Ο διαχωρισμός των χλωριούχων αλάτων του Ag^+ , Hg^+ και Pb^{2+} γίνεται διαδοχικά με νερό θερμό, HCl και KJ .
- 9) Η διαλυτότητα του HgJ_2 αυξάνεται σε περίσσεια διαλύματος KJ .
- 10) Τα διαλύματα των αλάτων του Cu^{2+} παρέχουν πράσινο–μπλε χρώμα.
- 11) Το $\text{Fe}(\text{OH})_3$ διαλύεται σε περίσσεια OH^- (διαφορά από τα Al^{3+}).
- 12) Το κυανού του Βερολίνου διαλύεται με διάλυμα οξαλικού αμμωνίου.
- 13) Τα Al^{3+} μετά την προσθήκη του $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ σχηματίζουν λευκό ζελατινώδες ίζημα από $\text{Al}(\text{OH})_3$, λόγω υδρολύσεως του Al_2S_3 .
- 14) Το άμυλο και η παρουσία τρυγικού οξέος δεν παρενοχλούν την καταβύθιση των Al^{3+} .
- 15) Η διμεθυλογλυoxίμη που χρησιμοποιείται για την ανίχνευση των Ni^{2+} , είναι αλκαλικό διάλυμα 1%.
- 16) Ο AgI είναι αδιάλυτος στην NH_3 (διαφορά από το AgCl).
- 17) Το αντιδραστήριο Petter–Griess ανιχνεύει τα ιόντα NO_2^- .
- 18) Το BaSO_4 διαλυτοποιείται με πυκνό HCl .
- 19) Ο χάρτης *Circuma* ανιχνεύει τα βόρικά ιόντα.
- 20) Τα MnO_4^- ιόντα αποχρωματίζονται από τα οξαλικά άλατα.
- 21) Το αντιδραστήριο Nessler ανιχνεύει τα NO_3^- ιόντα.
- 22) Πριν από την καταβύθιση των CO_3^{2-} , τα συνυπάρχοντα SO_3^{2-} οξειδώνονται σε CO_3^{2-} με σταγόνες H_2O_2 .
- 23) Το οξαλικό ασβέστιο είναι αδιάλυτο στο αραιό οξικό οξύ.

Ερωτήσεις – Τεστ.

Από τις παρακάτω ερωτήσεις διαλέξτε μία και μόνη – τη σωστή – απάντηση και κλείστε το γράμμα τής κατά τη γνώμη σας σωστής απαντήσεως σε κύκλο.

- 1) Τα κατιόντα που περιλαμβάνονται στην ομάδα του $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ είναι:
 - α) Cu^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+}
 - β) Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+}
 - γ) Al^{3+} , Fe^{3+} , Ni^{2+}
 - δ) Mn^{2+} , Cr^{3+} , Zn^{2+}
 - ε) γ και δ
- 2) Μια θετική αντίδραση ανιχνεύσεως, γίνεται αντιληπτή από:
 - α) Την έκλυση αερίου
 - β) Τη μεταβολή του χρώματος του διαλύματος
 - γ) Το σχηματισμό ιζήματος
 - δ) Όλα τα παραπάνω
 - ε) Τίποτα από τα παραπάνω

- 3) Το K_2CrO_4 αντιδρά με τα ιόντα Ag^+ και παρέχουν:
- Κίτρινο ίζημα από $Ag_2Cr_2O_7$
 - Λευκό ίζημα από Ag_2CrO_4
 - Κεραμόχροο (κεραμιδί) (ίζημα από Ag_2O)
 - Λευκό τυρώδες ίζημα από $AgCl$
 - Κεραμιδί ίζημα από Ag_2CrO_4
 - Τίποτα από τα παραπάνω.
- 4) Τα Pb^{2+} μπορούν να ανιχνευθούν με προσθήκη σ' αυτά διαλυμάτων.
- H_2SO_4
 - KJ
 - K_2CrO_4
 - β και γ
 - α, β και γ
 - α και β
- 5) Ποιο από τα παρακάτω σώματα δίνει ένα λευκό ίζημα με διάλυμα $AgNO_3$, ένα λευκό ίζημα με αραιό H_2SO_4 και πράσινη στο τεστ φλόγα:
- $CuCl_2$
 - $BaCl_2$
 - $Cu(NO_3)_2$
 - $PbCl_2$
 - $Hg(NO_3)_2$
- 6) Μια άσπρη σκόνη, όταν θερμανθεί ισχυρά, δίνει καφέ καπνό. Όταν διάλυμα της σκόνης προστεθεί σε διάλυμα KJ παίρνομε κίτρινο ίζημα. Όταν διάλυμα $BaCl_2$ προστεθεί σε διάλυμα της σκόνης παίρνομε λευκό ίζημα. Η σκόνη είναι:
- Οποιοδήποτε διαλυτό άλας
 - $NaBr$ ή KBr
 - Οποιοδήποτε νιτρικό άλας
 - $Ba(NO_3)_2$
 - $AgNO_3$
- 7) Διάλυμα λευκών κρυστάλλων δίνει με $AgNO_3$ ίζημα, αλλά δεν δίνει ίζημα με διάλυμα Na_2CO_3 . Η επιδραση πυκνού H_2SO_4 επί των κρυστάλλων παράγει καφέ αέριο. Οι κρύσταλλοι είναι:
- $NaNO_3$
 - KCl
 - $CaBr_2$
 - $NaBr$
 - $Ca(NO_3)_2$
 - $BaCl_2$
- 8) Ποιο από τα παρακάτω ιζήματα έχει χρώμα λευκό, δεν διαλύεται στα οξέα, καταβυθίζεται σε όξινο διά HCl περιβάλλον;
- $AgCl$
 - $CaCO_3$
 - BaC_2O_4
 - $PbSO_4$
 - $BaSO_4$
 - $Al(OH)_3$
- 9) Ποια από τις παρακάτω ενώσεις μπορεί να διαχωρισθεί και να παραμείνει, χρησιμοποιώντας νερό, δοκιμαστικούς σωλήνες και αρ. HCl ;

- α) NaCl
- β) K_2CO_3
- γ) BaCO_3
- δ) AgCl
- ε) ZnCO_3
- στ) $\text{Fe}(\text{OH})_3$

10) Ποιο από τα παρακάτω διαλύματα δίνει ίζημα, αν προστεθεί σ' αυτό διάλυμα NaOH ;

- α) Na_2SO_4
- β) K_2CO_3
- γ) FeCl_3
- δ) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$
- ε) γ και δ
- στ) Όλα τα παραπάνω

11) Ένα ίζημα σχηματίζεται από αραιό διάλυμα που περιέχει:

- α) Na^+ , Cl^- , NO_3^- , K^+
- β) NH_4^+ , NO_3^- , Br^- , Mg^{2+}
- γ) Ca^{2+} , Cl^- , NO_3^- , Ba^{2+}
- δ) NO_3^- , Ag^+ , Cl^- , Na^+
- ε) Na^+ , SO_4^{2-} , H^+ , Cl^-

12) Άλας κιτρινοκαφέ, ευδιάλυτο, που το κατιόν του παρέχει με OH^- ίζημα που χρωματίζει το διάλυμα αιματέρυθρο παρουσία SCN^- και που ανάγεται με διάλυμα SnCl_2 . Το κατιόν είναι:

- α) Cu^{2+}
- β) Pb^{2+}
- γ) Al^{3+}
- δ) Fe^{3+}
- ε) Hg^{2+}

ΜΕΡΟΣ ΤΡΙΤΟ

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

Γενικές πληροφορίες.

Σκοπός της ποσοτικής αναλύσεως είναι ο προσδιορισμός της ποσότητας (της μάζας) κάθε συστατικού (στοιχείου, ρίζας ή ουσίας), το οποίο περιέχεται σε ορισμένο βάρος ή όγκο αντιπροσωπευτικού δείγματος ενός σώματος υλικού. Επισημαίνεται ιδιαίτερα ότι η αποδιδόμενη στα υλικά σώματα φυσική παράμετρος **βάρος** – στη χημική ανάλυση – στην πραγματικότητα είναι **μάζα** και όχι βάρος, καθόσον γνωρίζουμε ότι $B = m \cdot g$.

Στην ποσοτική ανάλυση μετρείται ακριβώς η ποσότητα του δείγματος που θα εξετασθεί και επιδιώκεται η μέτρηση του συγκεκριμένου αντιδραστηρίου που θα φέρει σε πέρας μια χημική αντίδραση, είτε θα μετρηθεί με ακρίβεια το βάρος του προϊόντος της αντιδράσεως αυτής.

Η ποσοτική ανάλυση, ανάλογα με τη φύση των ουσιών που εξετάζει, διακρίνεται σε **Ανόργανη** και **Οργανική**.

Αντικείμενο του Γ' μέρους του βιβλίου μας θα είναι η Ανόργανη Ανάλυση και θα καλύπτει τις λεπτομέρειες και τις τεχνικές των μεθόδων της.

Η ποσοτική αναλυτική μέθοδος, ανάλογα με την τεχνική που ακολουθούμε και ανάλογα με τα χρησιμοποιούμενα μέσα–όργανα–σκεύη–συσκευές ταξινομείται σε:

- 1) Σταθμική μέθοδο.
- 2) Ογκομετρική μέθοδο.
- 3) Ενόργανες μεθόδους–φυσικοχημικές.

1) Σταθμική ανάλυση.

Κατά τη σταθμική ανάλυση, το προς προσδιορισμό στοιχείο ή ρίζα ή ουσία που περιέχεται σε ένα υλικό, απομονώνεται και μετατρέπεται σε σταθερή δυσδιάλυτη ένωση, η οποία ζυγίζεται.

2) Ογκομετρική ανάλυση.

Στις ογκομετρικές μεθόδους η εξεταζόμενη ουσία που βρίσκεται διαλυμένη, προσδιορίζεται από τον επακριβή όγκο ενός διαλύματος γνωστού τίτλου που απαιτείται για να αντιδράσει ποσοτικά με το διάλυμα της προσδιοριζόμενης ουσίας, η οποία περιέχεται διαλυμένη στο προς ανάλυση διάλυμα.

3) Ενόργανες μέθοδοι–Φυσικοχημικές.

Σ' αυτές χρησιμοποιούνται ηλεκτρικές συσκευές με τις οποίες προσδιορίζονται διάφορες φυσικοχημικές ιδιότητες–σταθερές. Οι τιμές αυτών, των ιδιοτήτων–σταθερών, είναι ανάλογες με τη συγκέντρωση της ουσίας που εξετάζεται ή παρέχονται από ειδική για κάθε όργανο **κλίμακα** (δ.δ, pH, αγωγιμότητα, Brix κ.λ.π.).

Οι τελικοί υπολογισμοί, για τις περιπτώσεις που προσδιορίζεται συγκέντρωση ιόντος, γίνονται με βάση **καμπύλη αναφοράς** που έχει σχεδιασθεί με πρότυπα διαλύματα (φασματοφωτομετρία, φλογοφωτομετρία κ.λ.π.).

Οι μέθοδοι αυτές παρουσιάζουν ορισμένα πλεονεκτήματα συγκρινόμενες με τις κλασικές μεθόδους, όπως: **ταχύτητα, ακρίβεια, ευαισθησία, μικρή ποσότητα** εξεταζόμενης ουσίας κ.λ.π..

Τέλος, ανάλογα με την ποσότητα του προς ανάλυση δείγματος οι μέθοδοι διακρίνονται σε:

- 1) Μακρομεθόδους, ποσότητα δείγματος $\geq 0,1$ g (100 mg).
- 2) Ημιμικρομεθόδους, ποσότητα δείγματος από 0,01 – 0,1g (10–100 mg).
- 3) Μικρομεθόδους, ποσότητα από 0,001–0,01 g (1–10 mg).

Ακρίβεια αναλυτικών μετρήσεων.

Ο βαθμός ακρίβειας των αναλυτικών προσδιορισμών επηρεάζεται από τις συνθήκες κάτω από τις οποίες έγινε η μέτρηση (τεχνική μεθόδου, χρησιμοποιούμενα όργανα κ.λ.π.).

Η ακρίβεια της μεθόδου καθορίζει τη διαφορά της πειραματικής τιμής από την αληθινή (πραγματική) τιμή.

Η διαφορά αυτή καλείται **απόλυτο σφάλμα**. Αν επιτύχομε συμφωνία του αποτελέσματος της μετρήσεως με την αληθινή τιμή, τότε έχουμε το μέγιστο βαθμό ακρίβειας.

Το **σχετικό σφάλμα** της αναλύσεως χαρακτηρίζεται ως το πηλίκον του απόλυτου σφάλματος διά της αληθινής τιμής και εκφράζεται σε ποσοστά επί τοις % ή επί τοις ‰.

Επίσης στην ποσοτική ανάλυση η επαναληψιμότητα των μετρήσεων θα πρέπει να είναι μικρότερη από το 2 ‰.

Ως **επαναληψιμότητα** ορίζεται η ικανότητα του να επιτυγχάνουμε επανειλημμένως τα ίδια αποτελέσματα σε μια καθορισμένη μέτρηση από τον ίδιο αναλυτή.

Μέτρο της επαναληψιμότητας αποτελεί η **σχετική μέση απόκλιση**.

Η αναπαραγωγιμότητα επίσης αποτελεί μέτρο ακρίβειας των αναλύσεων, καθορίζει δε τη μεγαλύτερη **ανεκτή απόκλιση μεταξύ δύο προσδιορισμών** που πραγματοποιήθηκαν σε **δύο διαφορετικές στιγμές**, από **δύο διαφορετικούς αναλυτές** και σε διαφορετικό εργαστήριο. Η αναπαραγωγιμότητα είναι δύσκολο να εκτιμηθεί, γιατί απαιτείται στατιστική ανάλυση των αποτελεσμάτων σε αναλύσεις μεγάλου αριθμού εργαστηρίων.

Τέλος καλή επαναληψιμότητα δεν σημαίνει και καλή αναπαραγωγιμότητα, η δε αναπαραγωγιμότητα είναι λιγότερο καλή από την επαναληψιμότητα.

Σφάλματα στην ανάλυση.

Γενικά οι αποκλίσεις των τιμών, στα αποτελέσματα των μετρήσεων, οφείλονται σε πειραματικά σφάλματα, τα οποία διακρίνονται:

α) **Σε τυχαία ή απροσδιόριστα** και

β) σε **καθορισμένα ή συστηματικά**.

Τα τυχαία σφάλματα παρέχουν μικρότερο ή μεγαλύτερο αποτέλεσμα από το πραγματικό. Τα αίτια που προκαλούν αυτές τις αποκλίσεις δεν είναι εύκολο να εξακριβωθούν και έτσι δεν μπορούμε να κάνουμε τις αναγκαίες διορθώσεις. Τέτοια σφάλματα για παράδειγμα είναι δυνατόν να προκύψουν από τις απώλειες των χειρισμών στις αναλύσεις, από τις διακυμάνσεις της θερμοκρασίας, από την κακή λειτουργία των ηλεκτρικών συσκευών κ.λ.π..

Τα συστηματικά ή καθορισμένα σφάλματα οφείλονται σε αιτίες που μπορούμε να καθορίσουμε και έχουν την ίδια φορά κατά τη διάρκεια των μετρήσεων.

Τα σφάλματα αυτά, που μπορούν να εντοπισθούν και να διορθωθούν, ταξινομούνται σε τρεις κατηγορίες:

1) Σφάλματα χειρισμού του αναλυτή.

Προσωπική ευθύνη για την κατηγορία αυτών των σφαλμάτων έχει ο ασκούμενος. Οφείλεται δε σε παραλείψεις, απροσεξίες, αδεξιότητες κ.λ.π.. Τέτοια σφάλματα είναι η μέτρηση διά σιφωνίου μη ακριβούς όγκου διαλύματος, η μη τήρηση αυστηρής καθαριότητας στα χρησιμοποιούμενα σκεύη (ποτήρια, φιάλες, προχοϊδες κ.λ.π.). Η παραλαβή για την ανάλυση μη αντιπροσωπευτικού δείγματος, η όχι σωστή αντίληψη της μεταβολής του χρώματος κατά τους προσδιορισμούς και τα σφάλματα που διαμορφώνονται κατά τους υπολογισμούς είναι και αυτά προσωπικά σφάλματα.

Γίνεται αντιληπτό ότι τα σφάλματα αυτά μπορούν να διορθωθούν ή να περιορισθούν, όταν ο ασκούμενος κατανοήσει καλά τις δεξιότητες, αποκτήσει εμπειρία σειράς αναλύσεων και συστηματοποιήσει έτσι την πορεία της τεχνικής της μεθόδου.

2) Σφάλματα οργάνων ή μικροσυσκευών.

Για να αποφευχθούν τέτοια σφάλματα θα πρέπει τα όργανα (κυρίως τα γυάλινα) να είναι κατασκευασμένα με αυστηρές προδιαγραφές, ώστε να εκμηδενίζονται οι ανακρίβειες.

Στα σφάλματα αυτά συμπεριλαμβάνονται και τα χρησιμοποιούμενα αντιδραστήρια, αν είναι χημικώς καθαρά ή «p.a.» κ.λ.π..

3) Σφάλματα μεθόδου.

Προς αποφυγή τέτοιων σφαλμάτων θα πρέπει το Αναλυτικό Χημικό Εργαστήριο να εφαρμόζει επίσημες μεθόδους αναλύσεων και να ελέγχεται αυστηρά η τήρηση των κανόνων των αναφερομένων προδιαγραφών. Τα σφάλματα αυτά οφείλονται:

- 1) Στη μη περάτωση της ποσοτικής αντιδράσεως.
- 2) Στη διαλυτότητα του σχηματιζόμενου ιζήματος.
- 3) Στην αύξηση θερμοκρασίας κατά την ξήρανση ενός σώματος.
- 4) Στο σωστό προσδιορισμό ανεπιθυμητών στοιχείων ή ουσιών.
- 5) Στο ακατάλληλο pH κ.λ.π..

Εκφράσεις αποτελεσμάτων.

Οι συνηθέστεροι τρόποι εκφράσεως των συγκεντρώσεων κατά τους υπολογισμούς στην ποσοτική ανάλυση είναι:

- 1) Η επί τοις % κ.β., π.χ. η ποσότητα της υπολογισθείσας ουσίας σε g που περιέχεται σε 100 g του υλικού.
- 2) Η επί τοις % β.ο., π.χ. η ποσότητα του στοιχείου ή της ουσίας σε g ή mg που περιέχεται σε 100 ml του διαλύματος.
- 3) Το βάρος του στοιχείου ανά μονάδα όγκου, π.χ. mg/l.
- 4) Τα mol (μοριακότητα-M).
- 5) Τα g-eg/l (κανονικότητα-N).
- 6) Τα ml/l ή τα ml/ml (αλκοολικοί βαθμοί).
- 7) Τα mg/ml.
- 8) Τα p.p.m. (μέρη βάρους ανά εκατομμύριο).

Η έκφραση αυτή χρησιμοποιείται για περιεκτικότητα πολύ αραιών διαλυμάτων. Στην περίπτωση που το εξεταζόμενο διάλυμα είναι υδατικό, τότε τα p.p.m. είναι και mg/l ($d_{H_2O} = 1$).

Εδώ θα πρέπει να αναφέρομε ότι κατά τους υπολογισμούς της ποσοτικής ανάλυσης θα πρέπει να τηρούνται:

- 1) Το αποτέλεσμα να στρογγυλοποιείται και να δίνεται με ακρίβεια εκατοστού.
- 2) Όταν το τελευταίο ψηφίο είναι κάτω του 5 παραλείπεται.
- 3) Όταν το τελευταίο ψηφίο είναι πάνω του 5 αυξάνομε το προηγούμενο ψηφίο κατά μια μονάδα.

Για παράδειγμα το αποτέλεσμα 2,578% γίνεται 2,58% ή το 15,123% γίνεται 15,12%.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΩΔΕΚΑΤΟ

ΣΤΑΘΜΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

12.1 Γενικές πληροφορίες.

Σκοπός.

Η μετατροπή ενός στοιχείου ή μιας ουσίας σε δυσδιάλυτη ένωση και ο προσδιορισμός της.

Κατά τη Σταθμική ανάλυση το στοιχείο (π.χ. Fe^{3+}) ή η ρίζα (π.χ. SO_4^{2-}) που θα προσδιορισθεί αντιδρά με κάποιο **ειδικό αντιδραστήριο**. Έτσι σχηματίζεται **δυσδιάλυτο ίζημα**, το οποίο αποχωριζόμενο από το περιβάλλον που έλαβε χώρα η αντίδραση καθιζάνει και ζυγίζεται. Από το βάρος του ιζήματος υπολογίζεται η ποσότητα του στοιχείου ή της ρίζας που περιέχεται σε κάποιο όγκο διαλύματος. Το χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο οφείλει να αντιδρά σε ορισμένες συνθήκες, κυρίως θερμοκρασίας και pH. Θα πρέπει να παρέχει αδιάλυτο ίζημα και αν είναι δυνατόν ογκώδες. Η αντίδραση που θα λάβει χώρα πρέπει να είναι εκλεκτική για τους παραπάνω αναφερόμενους λόγους.

Κύριο κριτήριο για τη διαλυτότητα του ιζήματος αποτελεί το γινόμενο διαλυτότητας και όσο η τιμή του είναι μικρότερη, τόσο πλήρης και αποτελεσματική είναι η καθίζηση.

Μετά την αντίδραση καταβυθίσεως και τη συσσωμάτωση του ιζήματος ακολουθεί το στάδιο της διηθήσεως. Σκοπός της διηθήσεως είναι ο διαχωρισμός του ιζήματος από το μητρικό υγρό.

Για την εργασία αυτή χρησιμοποιείται χάρτινος ή γυάλινος ηθμός με ορισμένες διαστάσεις και βάρος τέφρας. Οι ηθμοί διακρίνονται κυρίως σε **σκληρούς** και **μαλακούς**. Ο τύπος του ηθμού που θα χρησιμοποιείται κάθε φορά καθορίζεται από τη φύση του ιζήματος. Μετά τη διήθηση το ίζημα εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται.

Σκοπός της εκπλύσεως είναι η απομάκρυνση των ξένων προς το ίζημα ιόντων, τα οποία αν παραμείνουν θα συνυπολογισθούν κατά τη ζύγιση.

Η έκπλυση γίνεται με αποσταγμένο νερό, στο οποίο έχει προστεθεί μικρή ποσότητα ηλεκτρολύτη, ο οποίος διά τη δράσεως του κοινού ιόντος θα περιορίσει τη μερική διάλυση του ιζήματος. Κατά τη θέρμανση-πύρωση επιδιώκεται η καύση του ηθμού και η μετατροπή του ιζήματος σε μια σταθερή μορφή, ώστε να είναι ακριβής η ζύγιση.

Η σταθμική ανάλυση ακολουθεί τα παρακάτω στάδια κατά σειρά.

- 1) Διαλυτοποίηση
- 2) Καταβύθιση
- 3) Διήθηση-Έκπλυση
- 4) Ξήρανση
- 5) Πύρωση
- 6) Ζύγιση

Τα όργανα και οι συσκευές που χρησιμοποιούνται κατά τους σταθμικούς προσδιορισμούς είναι:

- 1) Ποτήρια ζέσεως
- 2) Ράβδοι γυάλινοι
- 3) Χωνιά ταχείας διηθήσεως
- 4) Στηρίγματα διηθήσεως
- 5) Λύχνος-πλέγμα-τρίγωνο πυρώσεως
- 6) Χωνευτήριο
- 7) Πυριατήριο (σχ. 12.1α)
- 8) Ξηραντήρας
- 9) Κάμινος (καμίνι) (σχ. 12.1β)
- 10) Ζυγός αναλυτικός (σχ. 12.1γ)



Σχ. 12.1α.

Πυριατήριο με ρυθμιζόμενη θερμοκρασία και ενσωματωμένο θερμόμετρο 0–250°C.



Σχ. 12.1β.

Εργαστηριακό ηλεκτρικό καμίνι με ειδική πυρίμαχη επένδυση (0–1200°C).



Σχ. 12.1γ.
Ηλεκτρικός αναλυτικός ζυγός 0–200 g ($\pm 0,1$ mg).

Άσκηση 1η

12.2 Σταθμικός προσδιορισμός σιδήρου.

12.2.1 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

- | | |
|---------------------------------|--|
| 1) Ποτήρι ζέσεως των 250 ml | 5) Διάλυμα NH_4OH 1:1 |
| 2) Σιφώνιο των 50 ml | 6) π. HNO_3 |
| 3) Χωνευτήριο πορσελάνης | 7) Διάλυμα NH_4NO_3 1% |
| 4) Χωνί ταχείας διηθήσεως-ηθμός | |

12.2.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

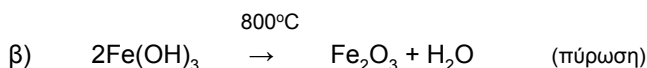
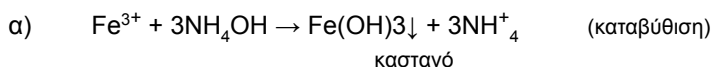
Τα κυριότερα ορυκτά του σιδήρου που συχνά απαντούν στη φύση είναι ο σιδηρίτης (FeCO_3), ο αιματίτης (Fe_2O_3), ο λειμωνίτης ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), ο μαγνητίτης (Fe_3O_4) και ο σιδηροπυρίτης (FeS_2).

Ο σίδηρος συμπεριφέρεται ως δισθενής (Fe^{2+}) και τρισθενής (Fe^{3+}) και διαλύεται εύκολα σε αραιό HCl , HNO_3 και άλλα οξέα. Ο σταθμικός προσδιορισμός του βασίζεται στην καταβύθιση των ιόντων του, παρουσία (OH^-), σε ίζημα από $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Η καταβύθιση θα πρέπει να λαμβάνει χώρα απουσία διαφόρων ιόντων, τα οποία αντιδρούν με τη NH_4OH και παρέχουν δυσδιάλυτες ενώσεις (ιζήματα) ή ιόντων που αντιδρούν με το σίδηρο και δημιουργούν ευδιάλυτες ενώσεις.

12.2.3 Τεχνική.

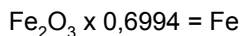
Αντιδράσεις που παίρνουν μέρος κατά τον προσδιορισμό είναι:



- 1) Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml φέρονται 50 ml του δοθέντος διαλύματος.
- 2) Προσθέτομε 2–3 ml π. HNO_3 και θερμαίνουμε ελαφρά.
- 3) Αραιώνουμε μέχρι 200 ml με αποσταγμένο νερό και θερμαίνουμε μέχρι τους 90°C .
- 4) Προσθέτομε κατά σταγόνες και με συνεχή ανάδευση διάλυμα NH_4OH (1:1).
- 5) Αφήνουμε τις σχηματιζόμενες καστανές νιφάδες του $\text{Fe}(\text{OH})_3$ σε ηρεμία για λίγα λεπτά και μετά θερμαίνουμε επί 3'.
- 6) Διηθούμε από μαλακό ηθμό.
- 7) Εκπλύνουμε το ίζημα 2–3 φορές με θερμό διάλυμα NH_4NO_3 1% μέχρι την πλήρη απομάκρυνση των Cl^- .
- 8) Ξηραίνουμε τον ηθμό με το ίζημα και το καίμε σε προζυγισμένο χωνευτήριο (χωρίς ανάφλεξη).
- 9) Πυρώνουμε στο φούρνο ή στο λύχνο μέχρι ερυθροπυρώσεως επί $1/2$ h.
- 10) Ψύχομε στον ξηραντήρα και ζυγίζομε.
(Συντελεστής $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Fe} = 0,6994$).

12.2.4 Υπολογισμοί.

Έστω για 50 ml που πήραμε, σχηματίσθηκε ίζημα, το οποίο πυρούμενο έδωσε βάρος 0,8540 g. Ζητείται η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα του διαλύματος σε Fe:



$$0,8540 \times 0,6994 = 0,5973 \text{ g}$$

Τα	50 ml διαλύματος περιέχουν	0,5973 g Fe	
	100	x ;	και x = 1,19% β.ο.

Ο συντελεστής υπολογίζεται από τη σκέψη:

1 mol Fe_2O_3 = 159,7 g περιέχει	2 · 55,85 g Fe	
(η μονάδα) 1 g	x ;	x = 0,6994

12.2.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Τα PO_4^{3-} επειδή παρέχουν με το σίδηρο διαλυτές ενώσεις, θα πρέπει να απουσιάζουν από το εξεταζόμενο διάλυμα.
- 2) Τα κατιόντα του Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} κλπ. μολύνουν το ίζημα του $\text{Fe}(\text{OH})_3$ λόγω σχηματισμού δυσδιαλύτων ενώσεων με τα (OH^-) .
- 3) Επίσης τα σάκχαρα παρεμποδίζουν τη σωστή καταβύθιση λόγω σχηματισμού συμπλόκων αλάτων με τα Fe^{3+} .
- 4) Η προσθήκη του πυκνού HNO_3 είναι αναγκαία για την οξείδωση των Fe^{2+} σε Fe^{3+} . Οι ενώσεις του Fe^{3+} είναι περισσότερο σταθερές (αδιάλυτες) από τις ενώσεις του Fe^{2+} .
- 5) Η θερμοκρασία της καταβύθσεως θα πρέπει να είναι 90°C για να λαμβάνεται ίζημα χονδροκρυσταλλικό και εύκολα διηθούμενο.

Άσκηση 2η

12.3 Σταθμικός προσδιορισμός αργιλίου.

12.3.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

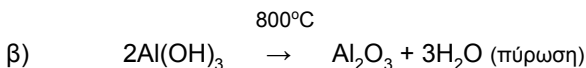
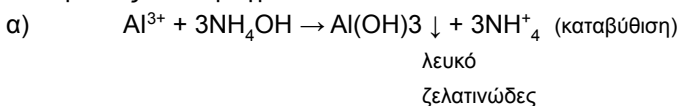
Το αργίλιο Al είναι μέταλλο πολύ διαδομένο στη φύση. Τα κυριότερα ορυκτά του είναι ο βωξίτης ($\text{Al}_2\text{O}_3 \times \text{H}_2\text{O}$), ο κρυόλιθος ($\text{AlF}_3 \cdot 3\text{NaF}$), η άργιλος (πυριτικά άλατα του αργιλίου) κ.λ.π.. Ο προσδιορισμός του βασίζεται στην καταβύθιση των Al^{3+} παρουσία NH_4OH και NH_4Cl . Η προσθήκη του NH_4Cl είναι αναγκαία, γιατί η καταβύθιση αρχίζει σε $\text{pH} = 4$ και πρέπει να περατωθεί σε τιμή $\text{pH} \approx 7,5$. Έτσι το NH_4Cl παρεμποδίζει την υπέρβαση της τιμής του pH προς αλκαλικές περιοχές περιορίζοντας τη διάσταση του NH_4OH (ρυθμιστικό διάλυμα $\text{NH}_4\text{OH} / \text{NH}_4\text{Cl}$) και διατηρώντας το pH στα επιθυμητά όρια. Αυτό ελέγχεται χρησιμοποιώντας το δείκτη ερυθρού του μεθυλίου. Πρέπει επίσης να γνωρίζουμε ότι σε ισχυρό αλκαλικό περιβάλλον το ίζημα – που σχηματίζεται κατά την καταβύθιση του αργιλίου – του $\text{Al}(\text{OH})_3$ αναδιαλύεται παρέχοντας αργιλικά άλατα (ευδιάλυτα).

12.3.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) Ποτήρι ζέσεως των 250 ml
- 2) Σιφώνιο των 50 ml
- 3) Σύστημα διηθήσεως
- 4) Χωνευτήριο πορσελάνης
- 5) Διάλυμα NH_4OH 1:1
- 6) Διάλυμα ή άλας του NH_4Cl
- 7) Δείκτης ερυθρού μεθυλίου 0,1%
- 8) Διάλυμα NH_4NO_3 1%

12.3.3 Τεχνική.

Αντιδράσεις που πραγματοποιούνται:



- 1) Μεταφέρονται 50 ml διάλυμα (εξεταζόμενο) σε ποτήρι ζέσεως και αραιώνουμε μέχρι όγκο 200 ml.
- 2) Προσθέτομε 3–5 g NH_4Cl , αναδεύουμε και προσθέτομε και 3–5 σταγόνες δείκτη ερυθρού του μεθυλίου (κόκκινο χρώμα).
- 3) Θερμαίνουμε μέχρι 90°C και προσθέτομε κατά σταγόνες και αναδεύοντας διάλυμα NH_4OH 1:1, ώσπου να αλλάξει το χρώμα από κόκκινο σε κίτρινο.
- 4) Διηθούμε από μαλακό ηθμό το ζελατινώδες ίζημα που σχηματίσθηκε, εκπλύνουμε με διάλυμα NH_4NO_3 1%, ξηραίνουμε και εκτεφρώνουμε τον ηθμό με το ίζημα σε προζυγισμένο χωνευτήριο.
- 5) Πυρώνουμε και ζυγίζουμε το στερεό υπόλειμμα του Al_2O_3 (συντελεστής $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al} = 0,5291$).

12.3.4 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Τα ιόντα που παρεμποδίζουν την αντίδραση του Fe^{3+} , παρεμποδίζουν ή μολύνουν και την αντίδραση του Al^{3+} .
- 2) Τα Al^{3+} δεν μπορούν να καταβυθισθούν με ισχυρή βάση (KOH , NaOH) γιατί σε ισχυρό αλκαλικό περιβάλλον δεν σχηματίζεται το προσδοκούμενο ίζημα, αλλά ευδιάλυτες αργιλικές ενώσεις.
- 3) Οι υπολογισμοί για την έκβαση του αποτελέσματος είναι οι ίδιοι με τους υπολογισμούς του σιδήρου.
- 4) Το διάλυμα του ερυθρού του μεθυλίου είναι περιεκτικότητας 0,1% β.ο. (διαλύεται σε θερμό νερό) και η μεταβολή του χρώματος γίνεται σε τιμή pH από 4,2 (κόκκινο) – 6,3 (κίτρινο).

υπάρχει κίνδυνος συγκαταβυθίσεως της περίσσειας της διμεθυλογλυοξίμης που είναι αδιάλυτη στην αμμωνία.

- 2) Ο όγκος της διμεθυλογλυοξίμης που προστίθεται δεν πρέπει να υπερβαίνει το $\frac{1}{2}$ του όγκου του εξεταζόμενου διαλύματος.
- 3) Η περιεκτικότητα του Νί στο υπό εξέταση διάλυμα να μην υπερβαίνει τα 30 mg % β.ο.
- 4) Προς αποφυγή μόλυνσεως του ιζήματος από Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} κ.λ.π. προσθέτομε στο υπό καταβύθιση διάλυμα ποσότητα τριγυκού οξέος, το οποίο σχηματίζει με τα παραπάνω κατιόντα ευδιάλυτες ενώσεις.

Άσκηση 4η

12.5 Σταθμικός προσδιορισμός ασβεστίου.

12.5.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Το ασβέστιο απαντά στη φύση με τη μορφή του CaCO_3 κυρίως (ασβεστόλιθος, ασβεστίτης, μάρμαρο) και με τη μορφή CaSO_4 (γύψος $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ κ.λ.π.).

Εκτός από τα ορυκτά-πετρώματα, το Ca περιέχεται μαζί με το Mg, στο νερό υπό τη μορφή ευδιαλύτων αλάτων. Η ύπαρξη αυτών των κατιόντων δίνει στο νερό τη σκληρότητά του. Ο προσδιορισμός βασίζεται στην καταβύθιση των Ca^{2+} με διάλυμα οξαλικού οξέος ή οξαλικού αμμωνίου σε όξινο περιβάλλον με προοδευτικό περιορισμό της συγκεντρώσεως των $|\text{H}^+|$ με προσθήκη NH_4OH .

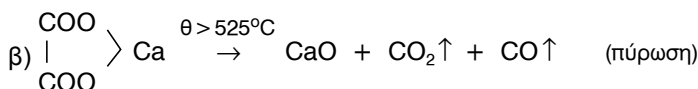
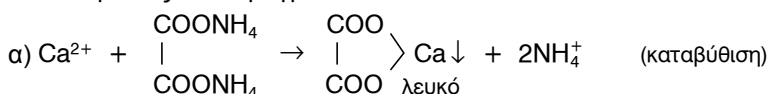
Η καθίζηση του $(\text{COO})_2\text{Ca}$ ολοκληρώνεται σε ουδέτερο ή αμμωνιακό περιβάλλον.

12.5.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 4%
- 2) Δείκτες ερυθρού του μεθυλίου
- 3) Διάλυμα NH_4OH 1:1
- 4) Διάλυμα HCl 1:1
- 5) Διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 1%

12.5.3 Τεχνική.

Οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται είναι:



- 1) 25 ml διαλύματος φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml και οξινίζομε το διάλυμα με HCl 1:1.
- 2) Αραιώνομε μέχρι 150–200 ml και προσθέτομε 3–4 σταγόνες ερυθρό του μεθυλίου.

- 3) Θερμαίνουμε μέχρι βρασμού.
- 4) Προσθέτουμε στάγδην και με ανάδευση διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 4%. Αν σχηματισθεί ίζημα αναδιαλύεται με λίγες σταγόνες HCl 1:1.
- 5) Προσθέτουμε στο θερμό διάλυμα 80–90°C, σταγόνες NH_4OH 1:1 με συνεχή ανάδευση, μέχρι ουδέτερη ή ελαφρά αλκαλική αντίδραση (μεταβολή του χρώματος του δείκτη από κόκκινο σε κίτρινο).
- 6) Αφήνουμε το διάλυμα σε ηρεμία για πέψη μέχρι 1h.
- 7) Διηθούμε από σκληρό ηθμό και εκπλένουμε με διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 1%.
- 8) Ξηραίνουμε, εκτεφρώνουμε και πυρώνουμε.
- 9) Ζυγίζουμε το στερεό υπόλειμμα του CaCO_3 ή CaO , ανάλογα με τη θερμοκρασία πυρώσεως του ιζήματος (συντελεστής $\text{CaCO}_3/\text{Ca} = 0,4004$).

12.5.4 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Οι υπολογισμοί είναι όπως και του σιδήρου-αργιλίου και η έκφραση του αποτελέσματος δίνεται επί τοις % β.ο. σε Ca .
- 2) Την καταβύθιση του Ca^{2+} παρεμποδίζουν όλα τα κατιόντα πλην του Na^+ , K^+ .
- 3) Τα Mg^{2+} μολύνουν το ίζημα του ασβεστίου αν δεν χρησιμοποιήσουμε μεγάλη περίσσεια $(\text{COONH}_4)_2$, γιατί το Mg^{2+} σχηματίζει σύμπλοκα ευδιάλυτα άλατα με αυτό.

Άσκηση 5η

12.6 Σταθμικός προσδιορισμός θεικών (SO_4^{2-}).

12.6.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Τα κυριότερα θειικά ορυκτά είναι η γύψος ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), η βαρυτίνη (BaSO_4), η χαλκάνθη ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), ο αγγλεζίτης (PbSO_4) κ.λ.π..

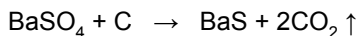
Η μέθοδος προσδιορισμού των θειικών ανιόντων βασίζεται στην καταβύθιση των SO_4^{2-} με διάλυμα BaCl_2 και το σχηματισμό του λευκού μικροκρυσταλλικού ιζήματος από BaSO_4 . Η εκτέλεση της μεθόδου αυτής υπόκειται σε πολλά σφάλματα, αν δεν ληφθούν ορισμένα μέτρα κατά τη διαδικασία της τεχνικής.

Τα SO_4^{2-} καταβυθίζονται σε ελαφρά όξινο περιβάλλον, γιατί σε ουδέτερο ή αλκαλικό τα τυχόν υπάρχοντα CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ σχηματίζουν με τα Ba^{2+} ίζημα.

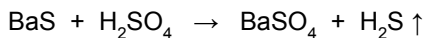
Το όξινο περιβάλλον συντελεί επίσης και στο σχηματισμό χονδροκρυσταλλικού ιζήματος, ευνοϊκού παράγοντα για τη διήθηση.

Η παρουσία επίσης των Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} κ.λ.π. μολύνει το ίζημα λόγω προσροφής τους σε αυτό και θα πρέπει να απομακρύνονται, ενώ τα κατιόντα του Ca^{2+} , Mg^{2+} , Pb^{2+} σχηματίζουν και αυτά ίζημα οπότε θα προκληθεί συγκαταβύθιση των θειικών τους αλάτων. Αυτό αποφεύγεται με κατεργασία του διαλύματος με Na_2CO_3 , οπότε τα παραπάνω κατιόντα απομακρύνονται σαν ίζηματα ανθρακικών αλάτων.

Κατά την πύρωση του BaSO_4 μπορεί να λάβει χώρα αναγωγή του BaSO_4 από τον C του ηθμού:



Για να αποφύγουμε κακούς υπολογισμούς, μετά την εκτέφρωση του ηθμού οξειδώνουμε το στερεό υπόλειμμα με H_2SO_4 :



Τέλος τα NO_3^- συγκαθίζονται μετά του BaSO_4 αλλοιώνοντας το αποτέλεσμα. Αυτό αποφεύγεται αν η καταβύθιση γίνεται εν θερμώ και με βραδεία προσθήκη του BaCl_2 .

12.6.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Διάλυμα BaCl_2 10%
- 2) H_2SO_4 (αραιό)

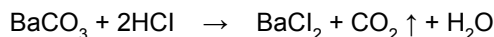
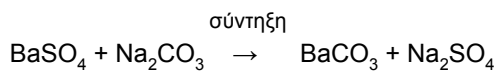
12.6.3 Τεχνική.

Αντίδραση: $\text{SO}_4^{2-} + \text{BaCl}_2 \rightarrow \text{BaSO}_4 + 2\text{Cl}^-$.

- 1) Σε 50 ml διαλύματος προσθέτομε 3 ml HCl 1:1 και αραιώνουμε μέχρι τα 200 ml.
- 2) Θερμαίνουμε μέχρι βρασμού και προσθέτομε στάγδην και με ανάδευση θερμό διάλυμα BaCl_2 10% ώσπου να παύσει να σχηματίζεται ίζημα.
- 3) Αφήνουμε το μητρικό υγρό μετά του ιζήματος επί 12ωρο τουλάχιστον για συμπλήρωση της καθίζησης και πέψη του BaSO_4 .
- 4) Διηθούμε από σκληρό ηθμό και εκπλένουμε με θερμό νερό.
- 5) Ξηραίνουμε, εκτεφρωνόμε και πυρώνουμε στους 800°C .
- 6) Ζυγίζουμε, αφού προσθέσουμε στο ψυχρό χωνευτήριο 2–3 σταγόνες H_2SO_4 (πυκνού), και εξατμίζουμε μέχρι ξηρού επί 15' με τη βοήθεια λύχνου.
- 7) Υπολογίζουμε το αποτέλεσμα σε SO_4^{2-} % β.ο. (συντελεστής $\text{BaSO}_4/\text{SO}_4 = 0,4113$).

12.6.4 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Το BaSO_4 είναι από τα πιο δυσδιάλυτα ιζήματα της Ανόργανης Χημείας. Δεν διαλύεται σε κανένα οξύ. Η διαλυτοποίησή του επιτυγχάνεται με σύντηξή του με Na_2CO_3 , οπότε μετατρέπεται σε BaCO_3 και μετά διαλυτοποιείται με HCl οξύ:



- 2) Δεν διασπάται κατά την πύρωση.
- 3) Στην περίπτωση που υπάρχουν κατιόντα Fe^{3+} κ.λ.π. στο διάλυμα που εξετάζεται προσθέτομε λίγη ποσότητα τρυγικού οξέος και συνεχίζουμε την πορεία κανονικά.

Ασκήσεις.

- 1) Μετά την καταβύθιση του Fe με NH_4OH , το ίζημα πυρούμενο και ζυγιζόμενο είναι ίσο με 0,2131 g. Να υπολογισθεί η περιεκτικότητα του σιδήρου, αν το διάλυμα είχε προκύψει

από διαλυτοποίηση 0,5562 g ορυκτού.

- 2) Σε διάλυμα που προέρχεται από διαλυτοποίηση 0,9522 g ορυκτού προσθέτομε περίσσεια διαλύματος BaCl_2 οπότε το ίζημα μετά την πύρωση ζυγίζει 0,3025 g. Ποια είναι η περιεκτικότητα του ορυκτού σε SO_4 ;
- 3) Να υπολογισθεί η εκατοστιαία σύνθεση του CaCO_3 , αν 0,3714 g αυτού πυρούμενα παρέχουν στερεό υπόλειμμα βάρους 0,2080 g.
- 4) Σε 1 kg κοινής συττηρίας καθαρότητας 98% επιδρούμε με NH_4OH . Το σχηματιζόμενο ίζημα πυρώνεται. Ζητείται το βάρος του στερεού υπολείμματος.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΤΡΙΤΟ

ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

13.1 Γενικές πληροφορίες.

Στην εισαγωγή της Αναλυτικής Χημείας (ποσοτική ανάλυση) αναφέρθηκε η έννοια της **ογκομετρικής αναλύσεως**.

Ενώ λοιπόν στη σταθμική ανάλυση μετρούμε **μάζα**, στην ογκομετρική μετρούμε **όγκο** του αντιδραστήριου που φέρνει σε πέρας μια χημική αντίδραση με το υπό προσδιορισμό ιόν. Από τον όγκο του διαλύματος που καταναλώθηκε, υπολογίζεται το βάρος της υπό εξέταση ουσίας.

Το χρησιμοποιούμενο αντιδραστήριο-διάλυμα λέγεται **πρότυπο**. Το σημείο στο οποίο η ογκομέτρηση περατώνεται λέγεται **τελικό** ή **ισοδύναμο σημείο**.

Η συμπλήρωση της αντιδράσεως γίνεται αντιληπτή από την αλλαγή της αποχρώσεως του εξεταζόμενου διαλύματος. Η μεταβολή αυτή του χρώματος βοηθείται είτε από τη χρήση μιας βοηθητικής ουσίας που λέγεται **δείκτης**, είτε παράγεται από το χρησιμοποιούμενο **πρότυπο διάλυμα**.

Κατά την ογκομέτρηση π.χ. διαλύματος οξέος με διάλυμα NaOH το πέρας της αντιδράσεως φαίνεται από τη μεταβολή του άχρωμου διαλύματος σε ροζ. Η εμφάνιση αυτού του χρώματος οφείλεται στη χρησιμοποίηση ως δείκτη της **φαινολοφθαλείνης**, ενώ, κατά την ογκομέτρηση π.χ. διαλύματος Fe^{2+} με πρότυπο διάλυμα KMnO_4 το πέρας της αντιδράσεως γίνεται αντιληπτό από την εμφάνιση ιωδέρυθρου χρώματος του KMnO_4 .

Ένα αντιδραστήριο, προκειμένου να χρησιμοποιηθεί για την παρασκευή πρότυπου διαλύματος, πρέπει να εκπληρώνει ορισμένους όρους.

- 1) Να έχει καθαρότητα χημικού αντιδραστήριου «p.a».
- 2) Να μην περιέχει υγρασία ή να ξηραίνεται εύκολα χωρίς να αλλοιώνεται.
- 3) Να παρέχει αντίδραση απλή, εκφραζόμενη από χημική εξίσωση.
- 4) Να έχει μεγάλο γραμμοίσοδύναμο g-eq (αποφυγή σφαλμάτων κατά τη ζύγιση).
- 5) Να είναι σταθερή (να μην είναι υγροσκοπική, να μην οξειδώνεται κ.λ.π.).
- 6) Να είναι ευπαθής, ως προς τη μεταβολή των φυσικών της ιδιοτήτων, παρουσία δείκτη (αλλαγή χρώματος).
- 7) Να είναι οικονομική.

Οι κυριότερες χημικές ενώσεις που χρησιμοποιούνται σαν πρότυπα αντιδραστήρια είναι:

Τα Na_2CO_3 , HCl , NaOH , KMnO_4 , $(\text{COONa})_2$, FeSO_4 , J_2 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, AgNO_3 , NaCl , EDTA κ.λ.π..

της αντιδράσεως διαπιστώνεται από την αλλαγή του χρώματος του δείκτη που έχει χρησιμοποιηθεί.

13.2 Όργανα ογκομετρήσεως.

Κατά κανόνα οι ογκομετρικοί προσδιορισμοί είναι μεγάλης ακρίβειας και παρουσιάζουν ορισμένα πλεονεκτήματα σε σύγκριση με τους σταθμικούς, γιατί χρησιμοποιούν απλά όργανα, έχουν ταχύτητα στον προσδιορισμό κ.λ.π..

Τα κυριότερα όργανα που χρησιμοποιούνται για την εκτέλεση των ογκομετρήσεων είναι (σχ. 13.2):

- 1) Οι προχοΐδες.
- 2) Τα σιφώνια.
- 3) Οι ογκομετρικές φιάλες.
- 4) Οι ογκομετρικοί κύλινδροι.
- 5) Οι κωνικές φιάλες.

Αυτά τα όργανα για να μπορούν να μετρούν με ακρίβεια τον επιθυμητό όγκο, θα πρέπει να είναι εσωτερικά καθαρά. Για τον καθαρισμό τους χρησιμοποιείται ένα ειδικό διάλυμα, το οποίο καλείται **χρωμοθειικό οξύ**. Αυτό αποτελείται από $K_2Cr_2O_7$ και πυκνό H_2SO_4 . Παρασκευάζεται με διάλυση 2g $K_2Cr_2O_7$ σε 5 ml H_2O . Θερμαίνουμε μέχρι διαλύσεως του άλατος, ψύχομε και προσθέτομε 65 ml πυκνό H_2SO_4 . Το όργανο που θα καθαρισθεί, γεμίζεται με το μείγμα και αφήνεται να παραμείνει επί 15–30 min.

Τέλος αποχύνεται το οξύ και εκπλένομε με άφθονο νερό. Το διάλυμα φυλάσσεται για επανειλημμένες χρήσεις.

13.3 Δείκτες ογκομετρήσεως.

Οι δείκτες είναι ουσίες κυρίως οργανικές, οι οποίες μεταβάλλουν το χρώμα τους ανάλογα με το περιβάλλον (όξινο-αλκαλικό) που ευρίσκονται. Χρησιμοποιούνται κυρίως για δύο σκοπούς.

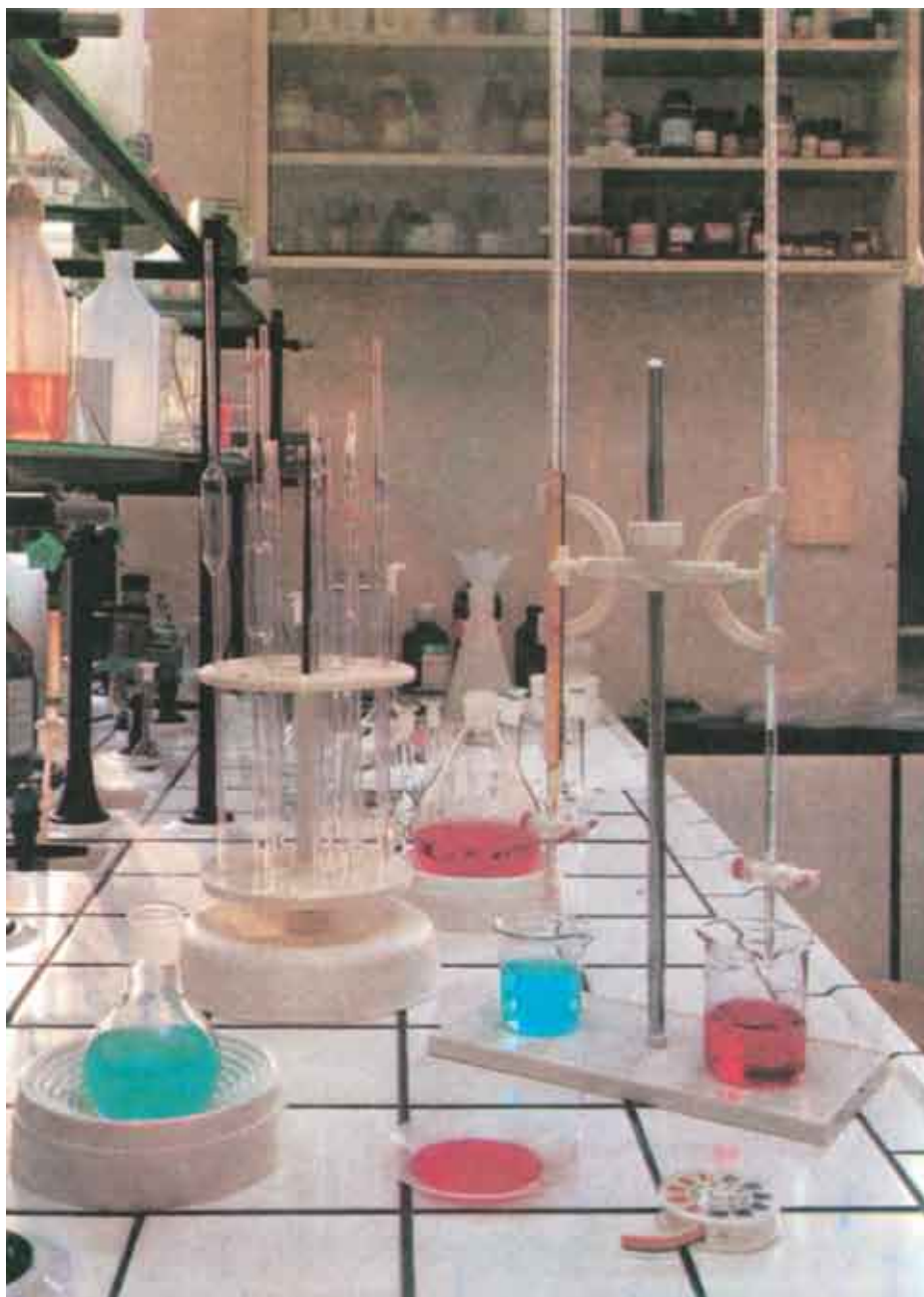
- 1) Για την εύρεση της συγκεντρώσεως του (H^+) (pH).
- 2) Για τον καθορισμό του ισοδυνάμου σημείου μιας ογκομετρήσεως.

Οι βασικότεροι και πιο εύχρηστοι δείκτες που χρησιμοποιούνται στην ογκομετρική ανάλυση είναι η ηλιανθίνη, το ερυθρό του μεθυλίου, η φαινολοφθαλεΐνη, το χρωμικό κάλι, το μουρεξίδιο, το άμυλο κ.λ.π..

Πιθανά σφάλματα στην ογκομετρία.

Τα σφάλματα, τα οποία προκύπτουν κατά τη διαδικασία των ογκομετρήσεων είναι αποτέλεσμα των εξής παραγόντων:

- 1) Της παρασκευής του προτύπου διαλύματος (διάλυση, ζύγιση, μετάγγιση κ.λ.π.).
- 2) Της λανθασμένης αναγνώσεως της προχοΐδας.
- 3) Της ρυπάνσεως των οργάνων που χρησιμοποιήθηκαν.
- 4) Της χρησιμοποίησεως μη καταλλήλου δείκτη.
- 5) Της μη επιτεύξεως της επιθυμητής τιμής pH του εξεταζομένου διαλύματος.



Σχ. 13.2.

Απαραίτητα μικροόργανα, συσκευές και υλικά για την πραγματοποίηση ογκομετρικών αναλύσεων.

13.4 Παρασκευή κανονικών διαλυμάτων.

Το απαιτούμενο βάρος της ουσίας, το οποίο υπολογίζεται από την εύρεση του g-eq, διαλύεται σε νερό. Ο τελικός όγκος συμπληρώνεται σε ογκομετρική φιάλη του 1 l στη θερμοκρασία των 20°C.

Αν το νερό δεν έχει τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος ή αν έχει προηγηθεί θέρμανσή του για διευκόλυνση της διαλύσεως, δεν συμπληρώνουμε τη φιάλη μέχρι τη χαραγή, αλλά την αφήνουμε να ψυχθεί και μετά συμπληρώνουμε με αποσταγμένο νερό.

Ο πίνακας 13.4.1 παρέχει τα απαιτούμενα ποσά για την παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων των περισσότερο ευχρήστων αντιδραστηρίων.

ΠΙΝΑΚΑΣ 13.4.1
Αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται για την παρασκευή κανονικών διαλυμάτων

Αντιδραστήριο	ε.β.	περιεκτικότητα	επιθυμητή κανονικότητα	g-eq	ml του διαλ. εμπ.	Διατήρηση
HCl	1,19	37%	0,1 N	36,465	8,3	σταθερό
H ₂ SO ₄	1,84	96%	0,1 N	49,040	2,72	σταθερό
CH ₃ COOH	1,05	100%	N	60,052	57,2	πτητικό
NH ₄ OH	0,91	27%	N	35,048	142,6	πτητική
NaOH	—	98%	0,1 N	40,005	4,1	υγροσκοπικό, ευπαθές σε φιάλη πολ/νίου
KOH	—	95%	0,1 N	57,004	5,9	υγροσκοπικό, ευπαθές σε φιάλη πολ/νίου
AgNO ₃	—	—	0,1 N	169,88	16,988	σε σκοτεινή φιάλη
KMnO ₄	—	—	0,1 N	31,605	3,16	σε σκοτεινή φιάλη
(COONa) ₂	—	—	0,1 N	67,007	6,70	σε σκοτεινή φιάλη
K ₂ Cr ₂ O ₇	—	—	0,1 N	49,03	4,90	σε σκοτεινή φιάλη
J ₂	—	—	0,1 N	126,91	12,69	σε σκοτεινή φιάλη
Na ₂ S ₂ O ₃	—	—	0,1 N	24,822	24,82	σε φιάλη πολ/νίου
EDTA	—	—	0,01 N	186,12	1,861	σε φιάλη πολ/νίου

13.5 Παράδειγμα παρασκευής προτύπου διαλύματος.

Οι απαραίτητοι υπολογισμοί για την παρασκευή αραιού διαλύματος, όπως π.χ. 1 λίτρο 0,1 N HCl (ή 0,1 M) από πυκνό του εμπορίου, περιεκτικότητας 37% κ.β. και d = 1,19 g/cm³, έχουν ως εξής:

$$\alpha) \quad \text{g-eq HCl} = \frac{36,5}{1} = 36,5 \text{ g}$$

$$\beta) \quad \begin{array}{l} 1 \text{ N} \rightarrow 36,5 \text{ g/l} \text{ άρα τα } 100 \text{ g περιέχουν } 37 \text{ g HCl} \\ 0,1 \text{ N} \rightarrow 3,65 \text{ g/l} \quad \quad \quad x ; \quad \quad \quad 3,65 \end{array}$$

$$x = \frac{100 \times 36,5}{37} = 9,864 \text{ g διαλύματος}$$

$$\gamma) \quad d = \frac{m}{V} \rightarrow V = \frac{m}{d} = \frac{9,864}{1,19} = 8,3 \text{ ml}$$

Άρα για την παρασκευή 1 λίτρου 0,1 N απαιτούνται 8,3 ml πυκνού HCl και αραιώση με αποσταγμένο νερό στο 1 λίτρο.

13.6 Τιτλοδότηση των διαλυμάτων.

Κατά την παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων, είναι απαραίτητος ο προσδιορισμός της ακριβούς περιεκτικότητας, γιατί, όπως γνωρίζουμε, είναι δυνατό κατά τη διάλυση της ουσίας να προκύψει κάποιο σφάλμα ή η ουσία να μην είναι καθαρή. Έτσι **ελέγχεται η συγκέντρωση** του διαλύματος ως προς άλλο διάλυμα ή ουσία, της οποίας είναι γνωστή η καθαρότητα. Το αποτέλεσμα της τιτλοδότησεως **εκφράζεται με έναν αριθμό**, ο οποίος πολλαπλασιαζόμενος με τα καταναλωθέντα ml του διαλύματος, **παρέχει την ακριβή κανονικότητα** του παρασκευασθέντος προτύπου διαλύματος. Ο αριθμός αυτός είναι ο παραπάνω αναφερόμενος συντελεστής διορθώσεως (Σ.Δ.). Έχοντας γνωστό το Σ.Δ. ενός προτύπου διαλύματος μπορούμε να τον διορθώσουμε από N πραγματικό σε N θεωρητικό γνωρίζοντας ότι:

- 1) Αν το διάλυμα έχει **Σ.Δ. > 1 είναι πυκνότερο** του κανονικού.
- 2) Αν το διάλυμα έχει **Σ.Δ. = 1 είναι κανονικό**.
- 3) Αν το διάλυμα έχει **Σ.Δ. < 1 είναι αραιότερο** του κανονικού.

Επομένως στα πυκνότερα διαλύματα υπολογίζεται η απαιτούμενη ποσότητα νερού που πρέπει να προστεθεί, ώστε από Σ.Δ. > 1 να γίνει με Σ.Δ. = 1.

Στα αραιότερα υπολογίζεται η ακριβής ποσότητα του αντιδραστήριου που πρέπει να προστεθεί στο διάλυμα, ώστε από Σ.Δ. < 1 να γίνει με Σ.Δ. = 1.

Παραδείγματα.

- 1) Να διορθώσετε 700 ml διαλύματος 0,1 M NaOH με Σ.Δ. = 1,0180 .
 $1,018 - 1,000 = 0,018$ και $700 \times 0,018 = 12,6$ ml νερό. Έτσι στα 700 ml πρέπει να προστεθούν 12,6 ml νερού για να έχουμε διάλυμα με Σ.Δ. = 1.
- 2) Να διορθώσετε 700 ml 0,1 M NaOH με Σ.Δ. = 0,985:
 $1,000 - 0,985 = 0,015$.

$700 \times 0,015 = 10,5$ ml διαλύματος πρέπει να προστεθεί, αλλά

Τα 100 ml περιέχουν 4 g NaOH

$$\frac{10,5}{100} \times 4 \text{ g} ; \quad x = 0,042 \text{ g}$$

Άρα πρέπει να προσθέσουμε στα 700 ml 0,042 g NaOH.

13.7 Υποδιαίρεσεις της ογκομετρίας.

Με βάση το είδος της χημικής αντιδράσεως, αλλά και των προτύπων διαλυμάτων που χρησιμοποιούνται κατά τις μεθόδους της ογκομετρικής ανάλυσεως, αυτή ταξινομείται σε:

- 1) Οξυμετρία–Αλκαλιμετρία (αντιδράσεις εξουδερώσεως).
- 2) Αργυρομετρία (αντιδράσεις καθιζήσεως).
- 3) Υπερμαγγανομετρία (οξειδιομετρία) (αντιδράσεις οξειδοαναγωγής).
- 4) Ιωδιομετρία (αντιδράσεις οξειδοαναγωγής).
- 5) Συμπλοκομετρία (αντιδράσεις συμπλοκοποιήσεως).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΤΕΤΑΡΤΟ

ΟΞΥΜΕΤΡΙΑ–ΑΛΚΑΛΙΜΕΤΡΙΑ (Ογκομετρήσεις εξουδετερώσεως)

14.1 Γενικές πληροφορίες.

Η **οξύμετρία** έχει ως σκοπό τον προσδιορισμό οξέων, οξίνων αλάτων κ.λ.π., ενώ η **αλκαλιμετρία** σκοπό έχει να προσδιορίσει στα διάφορα διαλύματα ή υγρά την οξύτητά τους (οξέα, όξινα άλατα κ.λ.π.). Έτσι συμπεραίνεται ότι οι μέθοδοι εξουδετερώσεως χρησιμεύουν κυρίως στον προσδιορισμό των (H^+) (αλκαλιμετρία) ή στον προσδιορισμό (OH^-) (οξύμετρία).

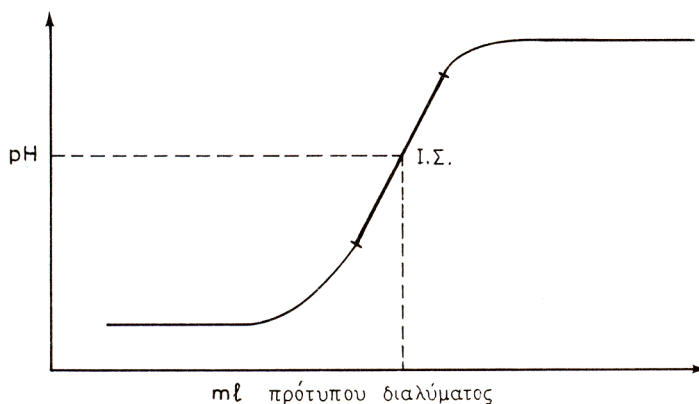
Οξύμετρία είναι ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας ενός διαλύματος σε άλκαλι, χρησιμοποιώντας πρότυπο διάλυμα οξέος. Με την οξύμετρία συνεπώς προσδιορίζουμε την **αλκαλικότητα** κάποιου διαλύματος. **Αλκαλιμετρία** είναι ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε οξέα, χρησιμοποιώντας πρότυπο διάλυμα βάσεως. Με την αλκαλιμετρία προσδιορίζουμε την **οξύτητα** κάποιου διαλύματος, δηλαδή κάνουμε **οξύμετρηση**.

Οι ογκομετρήσεις αυτές αποβλέπουν στον προσδιορισμό του ποσού του οξέος που είναι ισοδύναμο με το ποσό αλκάλειας ή αντίστοιχα του ποσού βάσεως που είναι ισοδύναμο με το ποσό οξέος. Όταν ολοκληρωθούν οι αντιδράσεις παράγεται υδατικό διάλυμα άλατος. Αν μεν **το οξύ** και η βάση **είναι ισχυρή, το διάλυμα του άλατος** θα έχει τιμή $pH \approx 7$, δηλαδή θα είναι **ουδέτερο** υπό την προϋπόθεση ότι η τιτλοδότηση εκτελείται σε ατμόσφαιρα αδρανή, π.χ. αζώτου. Αν όμως ένα από τα δύο είναι **ισχυρός ηλεκτρολύτης** και το **άλλο ασθενές**, τότε το διάλυμα του άλατος που προκύπτει θα είναι **όξινο** ή **αλκαλικό**.

Για κάθε περίπτωση ογκομετρήσεως **το τελικό σημείο** χαρακτηρίζεται από μια καθορισμένη τιμή pH (συγκέντρωση H^+). Αν επομένως βρεθεί τρόπος παρακολούθησής της τιμής του pH στο ισοδύναμο σημείο της αντιδράσεως, το σημείο αυτό γίνεται εύκολα αντιληπτό. Αυτό επιτυγχάνεται με τη χρήση δεικτών ή ηλεκτρομετρικά, όπως φαίνεται από τις καμπύλες των σχημάτων 14.1α και 14.1β.

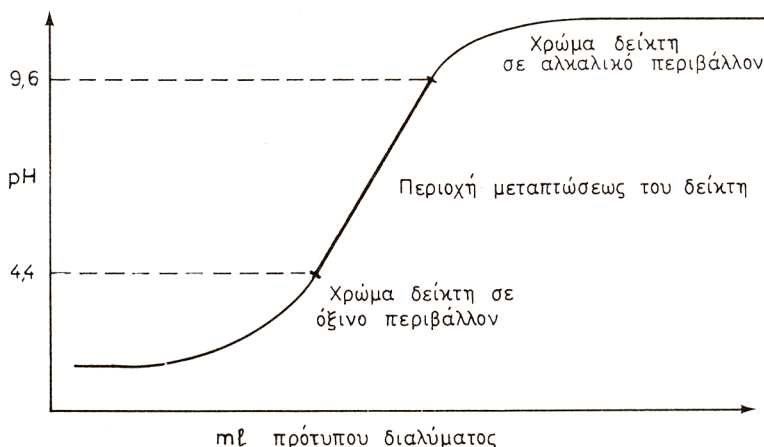
Όταν για τον προσδιορισμό του Ισοδυνάμου Σημείου-Ι.Σ. χρησιμοποιείται δείκτης, τότε μία από τις περιπτώσεις ογκομετρήσεως είναι η αλληλοεξουδετέρωση ισχυρών ηλεκτρολυτών, οπότε η μεταβολή του pH είναι απότομη στο Ι.Σ. με αυτόματη αλλαγή του χρώματος του δείκτη (σχ. 14.1β).

Οι κυριότεροι δείκτες που χρησιμοποιούνται στις ογκομετρήσεις αυτές είναι αυτοί του πίνακα 14.1.1.



Σχ. 14.1α.

Το ισοδύναμο σημείο (Ι.Σ.) είναι το μέσο του ευθύγραμμου τμήματος της καμπύλης ογκομετρήσεως.



Σχ. 14.1β.

Στην περίπτωση αυτή μπορεί να χρησιμοποιηθεί δείκτης που η περιοχή μεταπτώσεώς του είναι μεταξύ 4,4-9,6.

14.1.1 Παρασκευή διαλυμάτων δεικτών.

1) **Ηλιανθίνη:** Ο δείκτης αυτός φέρεται στο εμπόριο ως οξύ ή ως άλας. Στην πρώτη περίπτωση παρασκευάζεται με διάλυση 0,5 g σε 1 λίτρο H_2O . Στη δεύτερη περίπτωση με 0,5 g αλάτος σε 1 λίτρο H_2O και πρόσθετο 15,2 ml HCl . Το παρασκεύασμα αυτό διηθείται αν είναι απαραίτητο.

Περιοχή αλλαγής 3,1-4,4 pH (από κόκκινο σε πορτοκαλί). Η ηλιανθίνη ή το πορτοκαλιόχρουν του μεθυλίου είναι κατάλληλη για την ογκομέτρηση ισχυρών οξέων π.χ. HCl , HNO_3 , H_2SO_4 καθώς και για τον H_3PO_4 και H_2SO_3 .

2) **Ερυθρό του μεθυλίου.** Είναι διάλυμα 1 g της ουσίας σε 1 λίτρο νερού (η διάλυση γίνεται εν θερμώ). Περιοχή αλλαγής 4,2-6,3 (από κόκκινο σε κίτρινο).

ΠΙΝΑΚΑΣ 14.1.1
Δείκτες που χρησιμοποιούνται στις ογκομετρήσεις

Δείκτες	περιοχή pH	Μετάβαση χρώματος
Κίτρινο του μεθυλίου	2,9–4,0	κόκκινο–κίτρινο
Κυανό της βρωμοθυμόλης	3,0–4,6	κίτρινο–μπλε
Ερυθρό του Κογκό	3,0–5,0	ιώδες–κόκκινο
Ηλιανθίνη ή πορτοκαλιόχρουν του μεθυλίου	3,1–4,4	ροδέρυθρο–πορτοκαλί
Πράσινο της βρωμοκρεζόλης	3,8–5,4	κίτρινο–μπλε
Ερυθρό του μεθυλίου	4,2–6,3	κόκκινο–κίτρινο
Ερυθρό της βρωμοφαινόλης	5,2–6,8	κίτρινο–κόκκινο
Κυανό της βρωμοθυμόλης	6,0–7,6	κίτρινο–μπλε
Ερυθρό της φαινόλης	6,8–8,4	κίτρινο–κόκκινο
Φαινολοφθαλεΐνη	8,3–10,9	άχρσο–ροδοκόκκινο

3) **Φαινολοφθαλεΐνη.** 1 g της ουσίας διαλύεται σε 100 ml αλκοόλης 95°. Περιοχή αλλαγής, άχρωμο σε ροζ, σε pH 8,2–10. Ο δείκτης αυτός είναι κατάλληλος για ογκομέτρηση ισχυρών οξέων και ισχυρών βάσεων, όχι όμως της αμμωνίας.

Το νερό που χρησιμοποιείται στην παρασκευή των διαλυμάτων των δεικτών δεν θα πρέπει να περιέχει CO₂ γιατί κατεβάζει την τιμή του pH σε όξινες περιοχές (3–6 pH).

Η συνηθισμένη περιεκτικότητα των διαλυμάτων όλων των δεικτών είναι 0,5–1 g ουσίας ανά λίτρο διαλύματος. Το κύριο διαλυτικό τους είναι το αφαλατωμένο νερό ή η αιθυλική αλκοόλη.

14.1.2 Εμπειρικά διαλύματα.

Για την ευκολία του αναλυτή στις ογκομετρικές αναλύσεις ρουτίνας, χρησιμοποιούνται διαλύματα, των οποίων η περιεκτικότητα είναι τέτοια, ώστε 1 ml του διαλύματος αυτού να αντιστοιχεί στη μονάδα, π.χ. 1 g της προσδιοριζόμενης ουσίας ανά όγκο ή βάρος του διαλύματος (συνήθως 100 ml ή 100 g). Τα διαλύματα αυτά καλούνται **εμπειρικά**. Τέτοια διαλύματα χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό της οξύτητας στα λάδια, στην οινολογία για τον προσδιορισμό των συνολικών οξέων, στον προσδιορισμό της σκληρότητας του νερού κ.ά.

Έτσι τα ml του εμπειρικού διαλύματος που καταναλώνονται παρέχουν απευθείας την περιεκτικότητα της ουσίας χωρίς να απαιτούνται ιδιαίτερες υπολογιστικές πράξεις. Παραδείγματα εμπειρικών διαλυμάτων είναι των καυστικών αλκαλίων NaOH, KOH, του EDTA κ.λ.π..

Άσκηση 1η

14.2 Παρασκευή και τιτλοδότηση διαλύματος 0,1 M HCl.

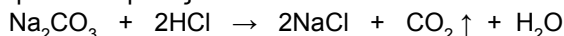
14.2.1 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια:

1) Ζυγός αναλυτικός 0,0001 g ακριβείας.

- 2) Ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου.
- 3) Ποτήρι ζέσεως και ράβδος αναδεύσεως.
- 4) HCl του εμπορίου (37% κ.β, d = 1,19 g/ml).
- 5) Na₂CO₃ «p.a.».
- 6) Ηλιανθίνη (δείκτης).
- 7) Αποσταγμένο νερό.
- 8) Προχοΐδα 25 ml.
- 9) Κωνική φιάλη των 250 ml.

14.2.2 Τεχνική.

- A)** 1) Με τη βοήθεια ογκομετρικού κυλίνδρου των 100 ml λαμβάνονται 83–85 ml διαλύματος HCl του εμπορίου «p.a.» ή χημικά καθαρό.
- 2) Μεταφέρονται σε ποτήρι ζέσεως pyrex των 250 ml, όπου υπάρχουν 100 ml αποσταγμένο νερό. Αναδεύουμε το διάλυμα με τη ράβδο.
- 3) Μεταφέρουμε το διάλυμα στην ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου εκπλύνοντας το ποτήρι και τον κύλινδρο.
- 4) Συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή της φιάλης με αποσταγμένο νερό, πωματίζουμε τη φιάλη και την ανακινούμε.
- 5) Μεταφέρουμε το διάλυμα που έχει παρασκευασθεί σε φιάλη αντιδραστηρίου του 1 λίτρου.
- B)** Για την τιτλοδότηση του 0,1 M HCl και γενικά των οξέων χρησιμοποιείται Na₂CO₃ ή βόρακας (Na₂B₄O₇·10H₂O) «p.a.».
- 1) Σε προχοΐδα των 25 ml φέρεται το διάλυμα του HCl 0,1 M (το προς τιτλοδότηση πρόσφατα παρασκευασθέν διάλυμα).
 - 2) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 0,315–0,318 g Na₂CO₃ «p.a.» που έχει ξηρανθεί στους 260°C Η ζύγιση γίνεται με ακρίβεια 0,0001 g.
 - 3) Προσθέτουμε προς πλήρη διάλυση της σόδας 100 ml νερού και 2–3 σταγόνες ηλιανθίνης (χρώμα διαλύματος πορτοκαλί).
 - 4) Ογκομετρούμε προσθέτοντας διάλυμα του οξέος αργά και υπό ανάδευση του διαλύματος της σόδας (κωνική), ώσπου να αλλάξει το χρώμα από πορτοκαλί σε ροδέρυθρο.
 - 5) Έστω ότι καταναλώθηκαν 28,6 ml HCl 0,1 M (πρακτικά).
 - 6) Η αντίδραση τιτλοδοτήσεως είναι:



14.2.3 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 M HCl εξουδετερώνουν 10,6 g Na₂CO₃ (g–eq 53)

$$\begin{array}{r} 30 \qquad \qquad \qquad x; \\ \hline x = 0,318 \text{ g} \end{array}$$

Έστω ότι ζυγίσθηκαν 0,1525 g Na₂CO₃, άρα:

Τα 1000 ml 0,1 M HCl εξουδετερώνουν 5,3 g Na₂CO₃

$$\begin{array}{r} x; \qquad \qquad \qquad 0,315 \\ \hline x = 29,71 \text{ ml (θεωρητικά)} \end{array}$$

Συνεπώς ο Σ.Δ. του HCl είναι:

$$\Sigma.\Delta. = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{29,71}{28,6} = 1,0388$$

Παρατηρήσεις.

Η κανονικότητα και ο $\Sigma.\Delta.$ του διαλύματος αναγράφεται σε αυτοκόλλητη ετικέτα που επικολλάται στη φιάλη που φυλάγεται το αντιδραστήριο.

Άσκηση 2η

14.3 Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 M NaOH.

14.3.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) NaOH «p.a.».
- 2) Φαινολοφθαλεΐνη 1%.
- 3) 0,1 M HCl πρότυπο.

14.3.2 Τεχνική.

- 1) Επειδή το NaOH είναι υγροσκοπικό σώμα και απορροφά και CO_2 , προς αποφυγή ζυγίσσεως μειωμένου βάρους, αντί 4 g (g-eq 40) λαμβάνομε 4,5–5,5 g αυτού.
- 2) Διαλύομε αυτά σε ποτήρι ζέσεως με 200 ml νερού. Αφήνομε το διάλυμα να ψυχθεί και το μεταφέρομε στην ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, συμπληρώνοντας με αποσταγμένο νερό μέχρι τη χαραγή.
- 3) Με τη βοήθεια σιφωνίου λαμβάνομε 25 ml από το παρασκευασθέν διάλυμα 0,1 M NaOH και τα φέρομε σε κωνική φιάλη του 250 ml.
- 4) Αραιώνομε το διάλυμα μέχρι τα 70–80 ml και προσθέτομε 2–3 σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης και
- 5) ογκομετρούμε με πρότυπο διάλυμα HCl 0,1 M γνωστού $\Sigma.\Delta.$ μέχρι μεταβολής του χρώματος από ροζ–κόκκινο σε άχρωμο.

14.3.3 Υπολογισμοί.

- 1) Έστω ότι για τα 25 ml διαλύματος NaOH 0,1 M NaOH καταναλώθηκαν 24,2 ml 0,1 N HCl ($\Sigma.\Delta. = 1,0236$).
- Τότε τα ml του HCl είναι $24,2 \times 1,0236 = 24,77 \text{ ml}$

$$\Sigma.\Delta. = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{24,77}{25} = 0,9908$$

Παρατηρήσεις.

- 1) Η τιτλοδότηση των ισχυρών και ευδιαλύτων βάσεων που χρησιμοποιούνται στην ογκομετρική ανάλυση μπορεί να γίνει με όξινο φθαλικό κάλι ή με σουλφωμικό οξύ.
- 2) Τα διαλύματα των βάσεων δεν είναι σταθερά, γιατί προσβάλλουν τις γυάλινες φιάλες των αντιδραστηρίων και προσλαμβάνουν CO_2 σχηματίζοντας όξινα ή

ουδέτερα ανθρακικά άλατα. Γι' αυτό πρέπει να έχουν παρασκευασθεί πρόσφατα, προκειμένου να χρησιμοποιηθούν. Επίσης πρέπει να φυλάσσονται σε πλαστικούς φορείς, π.χ. από PVC (πολυβινίλο-χλωρίδιο).

Άσκηση 3η

14.4 Προσδιορισμός μοριακότητας διαλύματος NaOH.

Η μέθοδος βασίζεται στις αρχές της οξυμετρίας.

14.4.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Διάλυμα HCl 0,1 M (πρότυπο).
- 2) Δείκτης φαινολοφθαλεΐνης.

14.4.2 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml διαλύματος (δοθέντος) NaOH και αραιώνουμε μέχρι 100 ml με αποσταγμένο νερό.
- 2) Προσθέτουμε 2–3 σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης και ογκομετρούμε με πρότυπο διάλυμα HCl 0,1 M μέχρι αλλαγής του χρώματος από ροδοκόκκινο σε άχρωμο.
- 3) Έστω τα ml του HCl που καταναλώθηκαν είναι 12,3 ml και ο Σ.Δ. του 0,1 M HCl είναι 1,0317.
- 4) Αντίδραση: $\text{NaOH} + \text{HCl} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

14.4.3 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 M HCl εξουδετερώνουν	4 g NaOH
12,3 x 1,0317	x ;

$$x = \frac{4 \times 12,3 \times 1,0317}{1000} = 0,0507 \text{ g}$$

Στα 25 ml διαλ. NaOH περιέχονται	0,0507 g NaOH
1000	x ;
	x = 2,03 ‰ β.ο.

Έχω 1 M διάλυμα όταν	40 ‰ β.ο. για NaOH
x ;	2,03‰
x = 0,050	και άρα M = 0,05

Άσκηση 4η

14.5 Προσδιορισμός NH₃ σε διάλυμά της.

Η μέθοδος βασίζεται στην οξυμετρία.

14.5.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Πρότυπο διάλυμα 0,1 M HCl.

2) Δείκτης ερυθρό του μεθυλίου.

14.5.2 Τεχνική.

1) 25 ml διαλύματος αμμωνίας αραιώνονται μέχρι και 100 ml με αποσταγμένο νερό σε κωνική φιάλη των 250 ml.

2) Προσθέτομε 2–3 σταγόνες δείκτη ερυθρού του μεθυλίου.

3) Ογκομετρούμε με διάλυμα 0,1 M HCl μέχρι μεταβολής του χρώματος από κίτρινο σε κόκκινο.

4) Έστω η κατανάλωση είναι 18 ml x 0,1 M HCl (Σ.Δ. = 0,9830).

5) Αντίδραση: $\text{NH}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl}$.

14.5.3 Υπολογισμοί.

Ζητείται η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα.

Τα	1000 ml 0,1 N HCl εξουδετερώνουν	3,5 g NH_4OH
	18 x 0,9830	x ;

$$x = \frac{3,5 \times 18 \times 0,9830}{1000} = 0,062 \text{ g}$$

Στα	25 ml διαλύματος περιέχονται	0,062 g
	100	x ;

$$x = 0,248\% \text{ β.ο. σε } \text{NH}_4\text{OH}$$

$\text{NH}_4\text{OH} \rightarrow \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

35 g	17 g
------	------

0,248	x ;
-------	-----

$$x = \frac{17 \times 0,248}{35} = 0,12\% \text{ β.ο. σε } \text{NH}_3$$

Άσκηση 5η

14.6 Προσδιορισμός οξύτητας (σε διάλυμα HCl).

Η μέθοδος βασίζεται στην αλκαλιμετρία.

14.6.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

1) Πρότυπο διάλυμα 0,1 M NaOH.

2) Δείκτης ηλιανθίνης ή πορτοκαλιόχρουν του μεθυλίου.

14.6.2 Τεχνική.

1) 10 ml υδροχλωρικού οξέος αραιώνονται στα 100 ml σε ογκομετρική φιάλη.

2) 25 ml από το διάλυμα αυτό αραιώνονται σε συνολικό όγκο 250 ml.

3) Από το διάλυμα αυτό λαμβάνομε 25 ml σε κωνική φιάλη και παρουσία δείκτη ηλιανθίνης.

- 4) Ογκομετρούμε με 0,1 M NaOH μέχρι αλλαγής του ροδέρυθρου χρώματος σε πορτοκαλοκίτρινο.
 5) Έστω 6,3 τα καταναλωθέντα ml του 0,1 M NaOH ($\Sigma.\Delta. = 1,0237$).

14.6.3 Υπολογισμοί.

$$\begin{array}{rcl}
 & \times 10 & \\
 \text{Αραίωση: } 10 & \rightarrow & 100 \\
 & \downarrow \times 4 & \\
 25 & \rightarrow & 250 \\
 & \downarrow \times 10 & \\
 & 25 &
 \end{array}$$

Ζητείται η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα του αρχικού διαλύματος σε καθαρό HCl. Η κατανάλωση στο αρχικό διάλυμα, λαμβάνοντας υπόψη τους συντελεστές διορθώσεως (αραιώσεως), ήταν $6,3 \times 1,0237 \times 400 = 2579,72$ ml NaOH 0,1 M.

Έτσι θα έχουμε:

Τα	1000 ml 0,1 M NaOH εξουδετερώνουν	3,65 g HCl
	2579,72	x ;

$$x = \frac{3,65 \times 2579,72}{1000} = 9,42$$

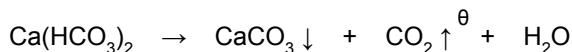
Άρα η περιεκτικότητα του διαλύματος σε HCl είναι 9,42 % β.ο.

Άσκηση 6η

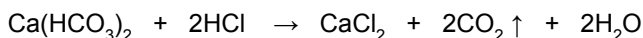
14.7 Προσδιορισμός ανθρακικής σκληρότητας νερού.

14.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η παροδική ή ανθρακική σκληρότητα του νερού οφείλεται στα όξινα ανθρακικά άλατα του ασβεστίου $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ και μαγνησίου $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$. Η σκληρότητα αυτή παύει να υπάρχει μετά από βρασμό του νερού (γι' αυτό ακριβώς λέγεται και παροδική) λόγω της διασπάσεως των οξίνων ανθρακικών σε ουδέτερα άλατα του ασβεστίου και μαγνησίου, τα οποία ως δυσδιάλυτα άλατα καθιζάνουν:



Η μέθοδος προσδιορισμού βασίζεται στην αντίδραση του υδροχλωρικού οξέος και οξίνων ανθρακικών αλάτων:



Η ανθρακική σκληρότητα εκφράζεται διεθνώς σε γερμανικούς (d°) και γαλλικούς (F°) βαθμούς.

14.7.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Σιφώνιο των 100 ml.
- 2) Κωνική φιάλη των 250 ml.
- 3) Προχοΐδα των 25 ml.
- 4) Διάλυμα 0,1 M HCl.
- 5) Δείκτης ηλιανθίνης.

14.7.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 100 ml νερού.
- 2) Προσθέτομε 3–4 σταγόνες ηλιανθίνης και το διάλυμα (νερό) χρωματίζεται κιτρινοπορτοκαλί.
- 3) Ογκομετρούμε με 0,1 M HCl μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα του νερού σε ροδέυθρο.
- 4) Έστω 5,3 ml τα καταναλωθέντα του 0,1 M HCl.

14.7.4 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 M HCl εξουδετερώνουν	6,1 g HCO_3^-
5,3	x;

$$x = \frac{6,1 \times 5,3}{1000} = 0,0323 \text{ g}$$

Τα 100 ml νερού περιέχουν	0,0323 g HCO_3^-
1000	x;

$$x = 0,323 \text{ g/l} = 323 \text{ mg/l}$$

Η περιεκτικότητα σε HCO_3^- του νερού είναι 323 mg/l.

Επομένως η σκληρότητα είναι:

$$5,3 \times 2,8 = 14,8 \text{ d}^\circ$$

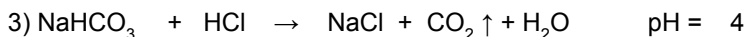
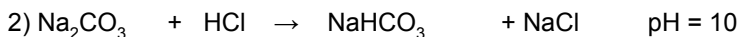
$$5,3 \times 5 = 26,5 \text{ F}^\circ$$

κι' αυτό επειδή 1 ml 0,1 M HCl αντιστοιχεί με 2,8 d° ή 5 F°, όταν ογκομετρείται όγκος νερού 100 ml.

Άσκηση 7η**14.8 Προσδιορισμός μείγματος NaOH–Na₂CO₃ (αλκαλικότητα).****14.8.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.**

Η μέθοδος βασίζεται στην οξυμετρία και έχει ως σκοπό τον υπολογισμό της ολικής αλκαλικότητας ενός διαλύματος που μπορεί να περιέχει NaOH–Na₂CO₃. Και οι τρεις ενώσεις παρέχουν αλκαλικό περιβάλλον, γιατί τα άλατα NaHCO₃ και Na₂CO₃ υδρύνονται.

Η περιεκτικότητα της κάθε ενώσεως στο διάλυμα στηρίζεται στο διαφορετικό pH που περατώνεται η κάθε αντίδραση:



Οι αντιδράσεις 1 και 2 λαμβάνουν χώρα παρουσία δείκτη φαινολοφθαλεΐνης, ενώ η αντίδραση 3 παρουσία δείκτη ηλιανθίνης στο αυτό δείγμα (όγκο) διαλύματος. Στις ιδιότητες αυτές στηρίζεται η ανάλυση του μείγματος NaOH και Na₂CO₃.

14.8.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Πρότυπο διάλυμα 0,1 N HCl.
- 2) Φαινολοφθαλεΐνη.
- 3) Ηλιανθίνη.

14.8.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml του δοθέντος διαλύματος και αραιώνονται μέχρι 100 ml.
- 2) Προσθέτομε 2–3 σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης.
- 3) Ογκομετρούμε με 0,1 N HCl μέχρι αλλαγής του χρώματος από ροζ σε άχρωμο.
- 4) Έστω κατανάλωση $\varphi = 8,5$ ml.
- 5) Στο ίδιο διάλυμα προσθέτομε 2–3 σταγόνες ηλιανθίνης και συνεχίζομε την ογκομέτρηση μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα του διαλύματος από κίτρινο σε πορτοκαλί.
- 6) Έστω κατανάλωση $\eta = 3,8$ ml.
- 7) Ζητείται η ποσότητα του NaOH και Na₂CO₃/l διαλύματος.

14.8.4 Υπολογισμοί.

Σύμφωνα με τις αντιδράσεις που πραγματοποιήθηκαν:

Η κατανάλωση φ έγινε για όλη την ποσότητα του NaOH και για τη μισή ποσότητα του Na₂CO₃ που μετατράπηκε σε NaHCO₃.

Η κατανάλωση η έγινε για την υπόλοιπη μισή ποσότητα του NaHCO₃ που μετατρέπεται πλέον σε NaCl, άρα:

$$\varphi = \text{NaOH} + \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3 \quad (1)$$

$$\eta = \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3 \quad (2)$$

Από την εξίσωση (1) έχουμε: $\text{NaOH} = \varphi - \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3$

αλλά $\eta = \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{CO}_3$

οπότε $\text{NaOH} = \varphi - \eta = 8,5 - 3,8 = 4,7$ ml HCl 0,1 N

και (2) $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 2 \cdot \eta = 2 \times 3,8 = 7,6$ ml HCl 0,1 N

Συνεπώς θα έχουμε:

Τα	1000 ml 0,1 M HCl εξουδετερώνουν	4 g NaOH και 5,3 g Na ₂ CO ₃
	4,7	x ₁ = ;
	7,6	x ₂ = ;

$$x_1 = \text{NaOH} = \frac{4,7 \times 4}{1000} = 0,0188 \text{ g}$$

$$x_2 = \text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{5,3 \times 7,6}{1000} = 0,0403 \text{ g}$$

Στα	25 ml περιέχονται	0,0188 g NaOH και 0,0403 g Na ₂ CO ₃
	1000	x ₁ ; x ₂ ;

$$x_1 = \frac{0,0188 \times 1000}{25} = 0,75 \text{ g}$$

$$x_2 = \frac{0,0403 \times 1000}{25} = 1,6 \text{ g}$$

Η περιεκτικότητα λοιπόν των συστατικών του μείγματος είναι:
0,75/l σε NaOH και 1,6/l σε Na₂CO₃.

14.8.5 Τεχνικές πληροφορίες.

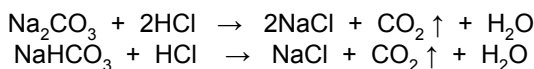
- 1) Ο προσδιορισμός του μείγματος αυτού μπορεί να γίνει και με τη μέθοδο Warder, όπου με τους ίδιους δείκτες, αλλά σε άλλο όγκο διαλύματος ογκομετρούνται το NaOH και το Na₂CO₃.
- 2) Επίσης άλλη μέθοδος είναι η ογκομέτρηση του μείγματος με 0,1 M HCl παρουσία δείκτη ηλιανθίνης, μετά προσθήκη BaCl₂ σε άλλο όγκο διαλύματος του μείγματος (καθίζηση των CO₃²⁻) και ογκομέτρηση παρουσία δείκτη φαινόλ-φθαλεΐνης. Η τελευταία ογκομέτρηση είναι για το NaOH, ενώ η διαφορά των δύο είναι για το περιεχόμενο Na₂CO₃.
Η μέθοδος αυτή παρέχει κατά προσέγγιση αποτελέσματα γιατί παρουσία NaOH καθιζάνει ίζημα βασικού ανθρακικού βαρίου.

Άσκηση 8η

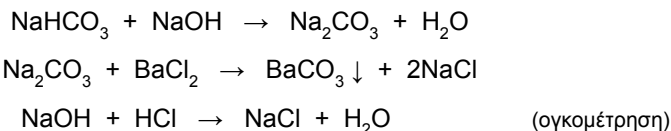
14.9 Προσδιορισμός της συστάσεως μείγματος Na₂CO₃ και NaHCO₃ σε διάλυμά τους.

14.9.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Κατά τον προσδιορισμό αυτό ογκομετρείται ένα μέρος του διαλύματος με πρότυπο διάλυμα 0,1 N HCl παρουσία δείκτη ηλιανθίνης, οπότε με τον τρόπο αυτό προσδιορίζεται το σύνολο των ανθρακικών:



Στη συνέχεια σε άλλο μέρος του διαλύματος προστίθεται ποσότητα NaOH (διαλύματος) και διάλυμα BaCl_2 . Έτσι μετατρέπεται το NaHCO_3 σε Na_2CO_3 και αυτό καταβυθίζεται με το BaCl_2 , οπότε τελικά ογκομετρείται παρουσία δείκτη φαινολοφθαλεΐνης η περίσσεια του NaOH:



14.9.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- | | |
|-------------------------------|--------------------------------|
| 1) Πρότυπο διάλυμα 0,1 N HCl. | 3) Φαινολοφθαλεΐνη. |
| 2) Ηλιανθίνη. | 4) Διάλυμα BaCl_2 1%. |

14.9.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml διαλύματος ($\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$), αραιώνονται, προσθέτουμε 2–3 σταγόνες ηλιανθίνης και ογκομετρούμε με 0,1 M HCl.
- 2) Έστω α ml η κατανάλωση.
- 3) Σε άλλα 25 ml του διαλύματος, προσθέτουμε 25 ml διαλύματος 0,1 N NaOH και θερμαίνουμε στους 70–80°C.
- 4) Στη θερμοκρασία αυτή προσθέτουμε περίσσεια διαλύματος BaCl_2 , οπότε σχηματίζεται ίζημα BaCO_3 .
- 5) Αφήνουμε το διάλυμα να κρυώσει και ογκομετρούμε, παρουσία δείκτη φαινολοφθαλεΐνης, την περίσσεια του προστιθέμενου NaOH, με 0,1 N HCl.
- 6) Έστω β ml η κατανάλωση.

14.9.4 Υπολογισμοί.

Από τις αντιδράσεις που αναφέραμε, φαίνεται, ότι στα 25 ml του αρχικού διαλύματος υπάρχουν:

$$1) \quad \frac{84}{10} \times \frac{25 - \beta}{1000} \text{ g NaHCO}_3$$

όπου

$$84 = \text{g-ε} \text{ NaHCO}_3$$

10 = δεκατοκανονικό, ισοδυναμία με το πρότυπο 0,1 N HCl

25 = ο όγκος του αρχικού διαλύματος (δοθέν)

1000 = έκφραση επί τοις % β.ο.

β = η κατανάλωση

$$2) \quad \frac{53}{10} \times \frac{\alpha - (25 - \beta)}{1000} \text{ g Na}_2\text{CO}_3,$$

όπου 53 = g-ε του Na_2CO_3

Τα υπόλοιπα στοιχεία όπως στην περίπτωση 1.

Εφαρμογή.

Να υπολογίσετε τη βάρος κατ' όγκο περιεκτικότητα, μοριακότητα και κανονικότητα του διαλύματος σε κάθε μια από τις περιεχόμενες χημικές ενώσεις ($\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$).

Ασκήσεις.

- 1) Ποια είναι η επί τοις % κ.β. περιεκτικότητα διαλύματος HCl $d = 1,205 \text{ g/cm}^3$, του οποίου 10 ml απαιτούν 13,66 ml 1 M NaOH για την πλήρη εξουδετέρωσή τους;
- 2) Για 40 ml 0,1 M NaOH καταναλώθηκαν 39,4 ml HCl 0,1 M ($\Sigma.\Delta. = 1,0223$). Ποιος είναι ο $\Sigma.\Delta.$ του διαλύματος του NaOH ;
- 3) Ζυγίσθηκαν 2,5 g Na_2CO_3 και καταναλώθηκαν 46 ml HCl 1 M. Ποιος είναι ο $\Sigma.\Delta.$ του HCl ;
- 4) Για την εξουδετέρωση 25 ml διαλύματος NaOH καταναλώθηκαν 12,5 ml 0,1 M HCl ($\Sigma.\Delta. = 0,9836$). Ποια η επί τοις % κ.β. περιεκτικότητα του διαλύματος του NaOH ;
- 5) 1,5 g δείγματος εμπορίου Na_2CO_3 διαλύονται σε 250 ml νερό και 25 ml από το διάλυμα ογκομετρούνται με 25 ml HCl 0,1 M παρουσία δείκτη φαινολοφθαλεΐνης. Ζητείται η καθαρότητα του δείγματος σε Na_2CO_3 .
- 6) 25 ml διαλύματος Na_2CO_3 που παρασκευάστηκε σε διάλυση 2,015 g σε όγκο 100 ml, ογκομετρήθηκαν παρουσία δείκτη ηλιανθίνης με 25,3 ml διαλύματος HCl . Ζητείται η κανονικότητα του διαλύματος του οξέος.
- 7) 20 ml διαλύματος όξινου φθαλικού καλίου περιεκτικότητας 2,1% β.ο. εξουδετερώθηκαν με 20,5 ml διαλύματος NaOH παρουσία φαινολοφθαλεΐνης. Ζητείται: α) Η μοριακότητα του διαλύματος της βάσεως και β) Ο $\Sigma.\Delta.$ αυτού.
- 8) Για την ογκομέτρηση 25 ml διαλύματος μείγματος NaOH και Na_2CO_3 καταναλώθηκαν 8,7 ml 0,1 M HCl ($\Sigma.\Delta. = 1,034$) παρουσία φαινολοφθαλεΐνης. Για τα ίδια 25 ml του μείγματος και παρουσία ηλιανθίνης καταναλώθηκαν 3,2 ml 0,1 M HCl . Ζητείται η ποσότητα του NaOH και Na_2CO_3 ανά 1 λίτρο διαλύματος.
- 9) 25 ml διαλύματος Na_2CO_3 και NaHCO_3 εξουδετερώνονται πλήρως με 24,8 ml HCl 0,1 M παρουσία δείκτη ηλιανθίνης. Σε άλλα 25 ml του διαλύματος προστέθηκαν 12,2 ml NaOH 0,1 M και περίσσεια διαλύματος BaCl_2 . Το διάλυμα που προέκυψε ογκομετρήθηκε με 0,1 M HCl και καταναλώθηκαν 8 ml αυτού. Ζητείται η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα του διαλύματος σε Na_2CO_3 και NaHCO_3 .
- 10) Ένα διάλυμα περιέχει μείγμα NaOH και Na_2CO_3 . Χρησιμοποιώντας ως δείκτη φαινολοφθαλεΐνη για 25 ml απαιτούνται 19,5 ml 0,995 M HCl για την εξουδετέρωσή τους. Με δείκτη ερυθρό του μεθυλίου για 25 ml απαιτούνται 25,9 ml του ίδιου οξέος για την εξουδετέρωσή της. Υπολογίστε τον αριθμό των g κάθε συστατικού ανά λίτρο διαλύματος.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΠΕΜΠΤΟ

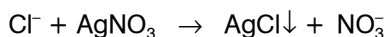
ΜΕΘΟΔΟΙ ΚΑΘΙΖΗΣΕΩΣ (Αργυρομετρία)

15.1 Γενικές πληροφορίες.

Οι προσδιορισμοί των μεθόδων καθιζήσεως βασίζονται στο σχηματισμό ιζήματος.

Επειδή το αποκλειστικό σχεδόν πρότυπο διάλυμα που χρησιμοποιείται στις αντιδράσεις αυτές είναι ο AgNO_3 , οι μέθοδοι ανήκουν στην **Αργυρομετρία**.

Η βασική αντίδραση στην αργυρομετρία είναι:



Αν επομένως σε κάθε περίπτωση χρησιμοποιηθεί ο κατάλληλος δείκτης καθορισμού του πέρατος της αντιδράσεως (Ι.Σ.), τότε από την κατανάλωση του διαλύματος του AgNO_3 υπολογίζεται η περιεχόμενη ποσότητα των Cl^- , Br^- , J^- κ.λ.π..

Οι τεχνικές που ακολουθούνται είναι πολλές, οι πιο σπουδαίες και εύχρηστες είναι:

- 1) **Η μέθοδος σχηματισμού έγχρωμου ιζήματος** (μέθοδος Mohr). Στη μέθοδο αυτή χρησιμοποιείται ως δείκτης διάλυμα K_2CrO_4 (5%). Το τέλος της αντιδράσεως φαίνεται από την αντίδραση $\text{CrO}_4^{2-} + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4 \downarrow$ (κεραμιδί). Η αντίδραση αυτή ακολουθεί την αντίδραση των Cl^- με το AgNO_3 .
- 2) **Η μέθοδος σχηματισμού διαλυτής έγχρωμης ενώσεως**. Στη μέθοδο αυτή χρησιμοποιούνται δύο πρότυπα διαλύματα του AgNO_3 και του KSCN . Ο προσδιορισμός αυτός είναι έμμεσος, οπότε τα SCN^- αφού αντιδράσουν, παρουσία όξινου περιβάλλοντος HNO_3 , με την περίσσεια του AgNO_3 που έχει καταβυθίσει τα Cl^- σαν AgCl σχηματίζει AgSCN . Όταν η αντίδραση αυτή ολοκληρωθεί η περίσσεια των SCN^- θα αντιδράσει με τα Fe^{3+} (δείκτης) και θα σχηματίσει σύμπλοκο ιόν του $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ καστανοκόκκινου χρώματος.

Άσκηση 1η

15.2 Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 M AgNO_3 .

15.2.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) AgNO_3 «p.a.».
- 2) K_2CrO_4 σε διάλυμα 5%.
- 3) NaCl «p.a.».

15.2.2 Τεχνική.

- A.**
- 1) Ζυγίζονται με ακρίβεια 16,9 g AgNO_3 «p.a.» (γιατί το M.B. του AgNO_3 είναι 169,9 και το $M/10 = 169,9/10 = 16,99$ g).
 - 2) Η ζύγιση γίνεται, εφόσον ο AgNO_3 έχει προξηρανθεί, στους 110°C επί 1–2 ώρες.
 - 3) Η ποσότητα μεταφέρεται σε ποτήρι και διαλύεται με αποσταγμένο νερό.
 - 4) Μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη 1 λίτρου και συμπληρώνουμε μέχρι τη χαράγη με αποσταγμένο νερό.
 - 5) Το παρασκευασθέν διάλυμα 0,1 M AgNO_3 φυλάσσεται σε σκοτεινή φιάλη, γιατί το φως ανάγει τα διαλύματα του αργύρου σε μεταλλικό Ag° .
- B.**
- 1) Η τιτλοδότηση του AgNO_3 γίνεται με NaCl «p.a.», το g-eq του οποίου είναι 58,46 και $M/10 = 5,846$ g.
 - 2) Ποσότητα (προξηραμένη) 0,1753 g διαλύεται με 50–100 g νερού σε κωνική φιάλη των 250 ml.
 - 3) Προσθέτουμε 3–5 σταγόνες δείκτη K_2CrO_4 και το διάλυμα ογκομετρείται με το 0,1 M AgNO_3 .
 - 4) Το Ι.Σ. αποδίδεται όταν το κίτρινο χρώμα του διαλύματος μετατραπεί σε κεραμιδί (σχηματισμός Ag_2CrO_4).
 - 5) Έστω τα καταναλωθέντα ml του AgNO_3 είναι 29,7 (πρακτικά).

15.2.3 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 M AgNO_3 καταβυθίζουν 5,846 g NaCl

30	x;

$$x = \frac{5,846 \times 30}{1000} = 0,1753 \text{ g}$$

Άρα τα 0,1753 g αντιστοιχούν σε 30 ml AgNO_3 0,1 M (αυτά είναι τα θεωρητικά).

$$\Sigma.\Delta. = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{30}{29,7} = 1,0101$$

Παρατηρήσεις.

- 1) Ο δείκτης K_2CrO_4 , σε διάλυμα 5%, μπορεί να παρασκευασθεί εναλλακτικά με διάλυση 4,2 g K_2CrO_4 και 0,7 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ στα 100 ml νερού.
- 2) Για κάθε 50 ml διαλύματος που είναι προς ογκομέτρηση χρησιμοποιείται 1 ml διαλύματος δείκτη.

Άσκηση 2η

15.3 Προσδιορισμός Cl^- κατά Mohr.

Η μέθοδος προσδιορισμού βασίζεται στο σχηματισμό ιζήματος AgCl .

15.3.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

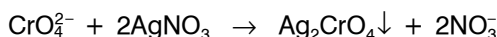
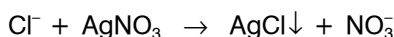
- 1) Πρότυπο διάλυμα 0,1 M AgNO_3 .
- 2) Διάλυμα K_2CrO_4 5% (δείκτης).
- 3) Πεχαμετρική ταινία.
- 4) Προχοΐδα 25 ml και κωνική φιάλη των 250 ml.

15.3.2 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 50 ml του δοθέντος ουδετέρου διαλύματος.
- 2) Προσθέτουμε 1 ml δείκτη K_2CrO_4 και ογκομετρούμε με 0,1 M AgNO_3 μέχρι μεταβολής του χρώματος από κίτρινο σε καστανοκόκκινο.
- 3) Έστω 14,6 ml τα καταναλωθέντα του AgNO_3 .

15.3.3 Υπολογισμοί.

Αντιδράσεις:



Η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα του διαλύματος σε NaCl είναι:

Τα	1000 ml 0,1 M AgNO_3 καταβυθίζουν	5,846 g NaCl
	14,6 x Σ.Δ.	x ;

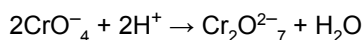
$$x = \frac{5,846 \times 14,6 \times 1,0101}{1000} = 0,086 \text{ g}$$

Στα	50 ml διαλύματος περιέχονται	0,086 g
	100	x ;
		x = 0,17% β.ο.

Η έκφραση του αποτελέσματος μπορεί να είναι και σε Cl^- .

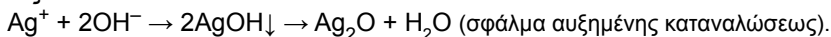
15.3.4 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Η μέθοδος Mohr εφαρμόζεται όταν ογκομετρούνται διαλύματα ουδετέρου pH (6 < pH < 10).
- 2) Στην περίπτωση που το pH του εξεταζομένου διαλύματος είναι όξινο (pH < 6), τότε η ισορροπία των $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$ μεταβάλλεται:



Τα $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ δεν είναι ικανά να δώσουν το Ι.Σ. της ογκομετρήσεως, γιατί ο $\text{Ag}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ είναι ευδιάλυτος. Μπορεί όμως να γίνει διόρθωση της τιμής του pH με συγκεκριμένο όγκο διαλύματος 0,1 M NaOH και ακολούθως να ογκομετρηθούν τα Cl^- .

- 3) Στην περίπτωση μάλιστα που το διάλυμα είναι αλκαλικό, δηλαδή $\text{pH} > 10$ τότε τα Ag^+ αντιδρούν με τα OH^- με σύγχρονο σχηματισμό λευκού ασταθούς ιζήματος.



Και εδώ μπορούμε να διορθώσουμε το pH στην ουδέτερη περιοχή με διάλυμα (ογκομέτρηση) 0,1 M HCl αλλά αντ' αυτού, που περιέχει Cl^- , να προστεθεί τελικά για τη μείωση της τιμής του pH, ισοδύναμη ποσότητα HNO_3 .

- 4) Η μέθοδος Mohr εφαρμόζεται για τον προσδιορισμό των Cl^- στην ανάλυση του νερού υδρεύσεως, όπου το αποτέλεσμα εκφράζεται σε mg/l ή meq/l («Ποιοτικός έλεγχος υλικών», έκδοση Ιδρύματος Ευγενίδου).
- 5) Τον προσδιορισμό παρεμποδίζουν τα ανιόντα που σχηματίζουν με τα Ag^+ δυσδιάλυτες ενώσεις σε ασθενώς αλκαλικό περιβάλλον. Επίσης στο διάλυμα δεν θα πρέπει να υπάρχουν έγχρωμα ιόντα και αναγωγικές ουσίες.

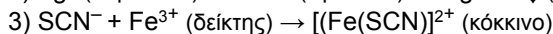
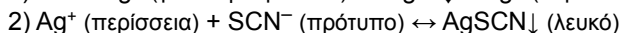
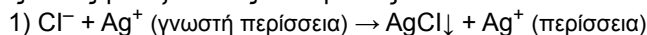
Άσκηση 3η

15.4 Προσδιορισμός της σε HCl περιεκτικότητας πυκνού διαλύματος HCl οξέος (μέθοδος Volhard).

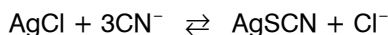
15.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος αυτή είναι έμμεση και μπορεί να προσδιορίσει Cl^- , Br^- και I^- σε ισχυρά όξινο περιβάλλον.

Στο εξεταζόμενο διάλυμα προστίθεται περίσσεια διαλύματος AgNO_3 . Ένα μέρος αυτού αντιδρά με τα Cl^- και η περίσσειά του προσδιορίζεται με ογκομέτρηση πρότυπου διαλύματος KSCN, παρουσία δείκτη Fe^{3+} (στυπτηρία εναμμώνια). Ο προσδιορισμός αυτός βασίζεται στις αντιδράσεις:



Για να μην λάβει χώρα η αντίδραση,



προσθέτουμε μικρή ποσότητα νιτροβενζολίου, οπότε ο AgCl περιβάλλεται από φιλμ που εμποδίζει τα SCN^- να έλθουν σε επαφή με τον AgCl για να αντιδράσουν.

Το πλεονέκτημα αυτής της μεθόδου συγκριτικά με τη μέθοδο Mohr και Fajans είναι ότι αυτή μπορεί να ογκομετρήσει και όξινα διαλύματα.

Μειονέκτημά της το ότι χρησιμοποιεί δύο πρότυπα διαλύματα (AgNO_3 και KSCN).

Η οξίνιση του εξεταζομένου διαλύματος γίνεται με HNO_3 , για παρεμπόδιση υδρολύσεως των Fe^{3+} .

15.4.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Διάλυμα 0,1 M AgNO_3 .
- 2) Διάλυμα 0,1 M KSCN (διάλυση 9,71 g KSCN σε 1 λίτρο νερό).
- 3) Κορεσμένο διάλυμα στυπτηρίας σιδήρου $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}] \approx 17\%$ (δείκτης).
- 4) Νιτροβενζόλιο $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$.
- 5) HNO_3 1:1.

15.4.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml διαλύματος HCl που έχει προκύψει από αραιώση 10 ml πυκνού διαλύματος οξέος σε 1 λίτρο.
- 2) Προσθέτομε 5 ml HNO_3 1:1 και περίσσεια 0,1 M AgNO_3 25–30 ml.
- 3) Προσθέτομε 2–3 ml $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ και 1 ml δείκτη (Fe^{3+}).
- 4) Ανακινούμε τη φιάλη με το περιεχόμενό της για επίτευξη της κροκιδώσεως του ιζήματος του AgCl .
- 5) Ογκομετρούμε με πρότυπο διάλυμα 0,1 M KSCN την περίσσεια των Ag^+ μέχρις εμφανίσεως καστανοκόκκινου χρώματος (Ι.Σ) από $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$.
- 6) Έστω η κατανάλωση είναι 6,4 ml 0,1 M KSCN (Σ.Δ. = 1,0230).

15.4.4 Υπολογισμοί.

Η διαφορά της καταναλώσεως του KSCN ($0,4 \times 1,0230$) από τον όγκο που προστέθηκε του AgNO_3 30 ml είναι ο όγκος που αντιστοιχεί για τα Cl^- , και συνεπώς:

$$30 - 6,4 \times 1,023 = 23,45 \text{ ml}$$

Τα	1000 ml 0,1 M KSCN αντιδρούν με	3,646 g HCl
	23,45	x ;

$$x = 0,0855 \text{ g}$$

Στα	25 ml διαλύματος περιέχονται	0,0855 g HCl
	1000	x ;

$$x = 3,42 \text{ g}$$

Στα	10 ml του αρχικού περιέχονται	3,42 g
	100	x ;

$$x = 34,2\% \text{ β.ο.}$$

Αν η d του υδροχλωρικού οξέος είναι 1,16 τότε η επί τοις % κ.β. περιεκτικότητά του θα είναι:

$$m = d \cdot v = 1,16 \times 100 = 116 \text{ g διαλύματος}$$

Στα	116 g διαλύματος περιέχονται	34,2 g HCl
	100	x ;

$$x = 29,5\% \text{ κ.β.}$$

15.4.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Μπορούμε να αποφύγουμε τη χρήση του $C_6H_5NO_2$, αν το ίζημα του $AgCl$ διηθηθεί αφού πρώτα έχουμε θερμάνει το διάλυμα που καταβυθίστηκε.
- 2) Στη μέθοδο αυτή παρεμποδίζουν την ογκομέτρηση τα διάφορα οξειδωτικά σώματα, τα οποία μπορεί να οξειδώσουν το SCN^- . Ακόμη δεν θα πρέπει να περιέχονται στο διάλυμα ανιόντα, τα οποία αντιδρούν με Ag^+ και Hg^{2+} ο οποίος σχηματίζει $Hg(SCN)_2$ που είναι δυσδιάλυτο ίζημα.
- 3) Για τον προσδιορισμό των Cl^- χρησιμοποιείται και η μέθοδος Fajans, που βασίζεται στην ογκομέτρηση με χρήση δεικτών προσροφήσεως (φλουορεσκείνη). Η μέθοδος εφαρμόζεται σε διαλύματα με ασθενώς όξινο περιβάλλον ($pH > 4$).

Άσκηση 4η

15.5 Προσδιορισμός Ag^+ .

Ο προσδιορισμός αυτός ακολουθεί τη μέθοδο Mohr, όταν το διάλυμά του είναι ουδέτερο, οπότε το πρότυπο διάλυμά μας είναι 0,1 M NaCl (παράγρ. 15.3).

Στην περίπτωση αυτή 1 ml 0,1 M NaCl καταβυθίζει 10,79 mg Ag^+ . Όταν όμως το διάλυμα είναι όξινο (ισχυρό) τότε ακολουθείται η μέθοδος Volhard, όπου ως πρότυπο διάλυμα χρησιμοποιείται 0,1 M KSCN (παράγρ. 15.4).

Ασκήσεις.

- 1) Για 100 ml H_2O και για τον προσδιορισμό Cl^- καταναλώθηκαν 4,6 ml 0,1 M $AgNO_3$ (Σ.Δ. = 0,9874). Να υπολογισθεί η περιεκτικότητα του νερού σε χλωριούχα σε mg/l.
- 2) Πόσο τοις % β.ο. περιέχει διάλυμα NaCl, αν για 20 ml από το διάλυμα αυτό καταναλώθηκαν 17 ml διαλύματος $AgNO_3$ 0,1 M (Σ.Δ. = 1,0230) μέχρι εμφανίσεως κεραμιδί χρώματος;
- 3) Ζυγίζονται 0,1753 g NaCl «p.a.» και διαλύονται. Ογκομετρούνται μέχρι πλήρους αντιδράσεως με 31 ml 0,1 M $AgNO_3$. Ποιος είναι ο Σ.Δ. του διαλύματος που έχει παρασκευασθεί;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΕΚΤΟ

ΜΕΘΟΔΟΙ ΟΞΕΙΔΟΑΝΑΓΩΓΗΣ (Μαγγανομετρία)

16.1 Γενικές πληροφορίες.

Με τις μεθόδους οξειδοαναγωγής η υπό ανάλυση ουσία οξειδώνεται ή ανάγεται από διάλυμα με το οποίο γίνεται η ογκομέτρηση.

Επειδή το περισσότερο χρησιμοποιούμενο διάλυμα (πρότυπο), για τις ογκομετρήσεις αυτές είναι το KMnO_4 , οι μέθοδοι λέγονται **υπερμαγγανομετρία** ή **οξειδιομετρία**. Τα κυριότερα χρησιμοποιούμενα διαλύματα για τις αντιδράσεις αυτές είναι:

I. Οξειδωτικά διαλύματα

- 1) KMnO_4
- 2) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- 3) J_2

II. Αναγωγικά διαλύματα

- 1) $(\text{COONa})_2$
- 2) FeSO_4
- 3) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

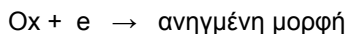
Προκειμένου να παρασκευάσουμε ένα από αυτά τα διαλύματα, π.χ. του KMnO_4 , υπολογίζουμε το ΜΒ της ενώσεως και διαιρούμε διά του αριθμού μεταβολής του σθένους. Εδώ το οξειδωτικό σώμα ανάγεται κατά την αντίδραση:



Η μεταβολή είναι από + 7 σε + 2, άρα 5.

Το γραμμοίσοδύναμο του KMnO_4 επομένως είναι $\text{MB}: 5 = 158 : 5 = 31,16$. Το διάλυμα του KMnO_4 πλεονεκτεί στο ότι με τη μεταβολή του χρώματός του παρέχει το πέρας της αντιδράσεως μιας ογκομετρήσεως, οπότε παίρνει τη θέση του δείκτη.

Στις αντιδράσεις οξειδοαναγωγής αυξάνεται το φορτίο ενός ιόντος, ενώ ταυτόχρονα παρατηρείται αντίστοιχα **ελάττωση** στο άλλο ιόν. Έχουμε δηλαδή μεταφορά ηλεκτρονίου από ένα ιόν στο άλλο κατά τη γενική εξίσωση:

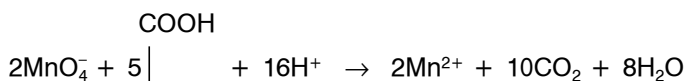
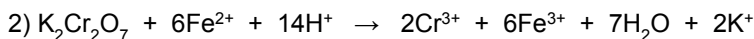
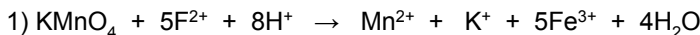


όπου: Ox = το **οξειδωτικό** σώμα και ανηγμένη μορφή = **το αναγωγικό**.

Κατά συνέπεια το οξειδωτικό σώμα δέχεται ηλεκτρόνιο (δέκτης), ενώ το αναγωγικό παραχωρεί (πομπός).

Οξειδωση λοιπόν θα λέγεται η απώλεια ενός ή περισσοτέρων ηλεκτρονίων από ένα άτομο ή ιόν και **αναγωγή** η πρόσληψη ενός ή περισσοτέρων ηλεκτρονίων.

Χαρακτηριστικές αντιδράσεις οξειδοαναγωγής που βρίσκουν εφαρμογή στην ποσοτική ανάλυση είναι:



Επειδή το διάλυμα που χρησιμοποιείται κυρίως είναι το έντονα πορφυρόχρωμο KMnO_4 , του οποίου τα προϊόντα αναγωγής του δίνουν διάλυμα άχρωμο και επειδή σχεδόν πάντοτε η οξίνιση του διαλύματος που εξετάζεται γίνεται με H_2SO_4 , επισημαίνεται ότι η παρουσία H_2SO_4 θα πρέπει να είναι σε περίσσεια, λόγω του ότι αν είναι ανεπαρκής εμφανίζεται κατά τον προσδιορισμό ένα καφέ χρώμα ή ίζημα βάσει της αντιδράσεως: $2\text{MnO}_4^- + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Mn}(\text{OH})_2 + 2\text{OH}^- + 3|\text{O}|$. Στην περίπτωση αυτή η μέτρηση απορρίπτεται.

Άσκηση 1η

16.2 Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 N KMnO_4 .

16.2.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) KMnO_4 (στερεό) «p.a.».
- 2) Ογκομετρική φιάλη 1 λίτρου.
- 3) Σκοτεινή γυάλινη φιάλη αντιδραστηρίων.
- 4) Διάλυμα H_2SO_4 (πυκνό).
- 5) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ «p.a.».
- 6) Προχοΐδα των 25 ml και σιφώνιο 10 ml.
- 7) Κωνική φιάλη των 250 ml.
- 8) Αποσταγμένο νερό.

16.2.2 Τεχνική παρασκευής.

- 1) Για την παρασκευή 1 λίτρου διαλύματος KMnO_4 0,1 N ζυγίζονται 3,16–3,2 g του αντιδραστηρίου και διαλύονται σε H_2O αποσταγμένο που προηγουμένως έχει υποστεί βρασμό.
- 2) Διηθούμε από ηθμό υαλοβάμβακα.
- 3) Συμπληρώνουμε ως τη χαραγή της φιάλης του 1 λίτρου και τέλος το διάλυμα φυλάσσεται σε σκοτεινή φιάλη αντιδραστηρίων.

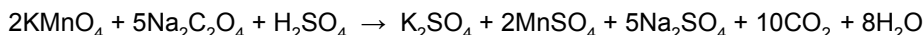
16.2.3 Τεχνική τιτλοδοτήσεως.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρεται η ποσότητα του $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

- 2) Αραιώνουμε με 100 ml αποσταγμένο νερό.
- 3) Προσθέτουμε 10 ml H_2SO_4 και θερμαίνουμε στους 60°C .
- 4) Ογκομετρούμε με 0,1 N KMnO_4 μέχρι εμφανίσεως ελαφρά ρόδινου χρώματος.
- 5) Έστω ότι τα καταναλωθέντα ml του διαλύματος είναι 30,2 τότε θα είναι:

$$\Sigma.\Delta. = \frac{30}{30,2} = 0,9933$$

Η αντίδραση που λαμβάνει χώρα κατά την τιτλοδότηση του παρασκευασθέντος διαλύματος KMnO_4 είναι:



Ο υπολογισμός του βάρους του οξαλικού νατρίου που θα απαιτηθεί για την αναγωγή των 30 ml 0,1 N KMnO_4 γίνεται ως εξής:

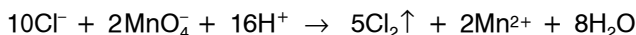
$$\begin{array}{lcl} \text{Τα } 1000 \text{ ml } 0,1 \text{ N } \text{KMnO}_4 \text{ οξειδώνουν } 6,7 \text{ g } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 & (\text{g-eq} = \frac{134}{2} = 67 \text{ g}) \\ 30 & & x = 0,2 \text{ g} \end{array}$$

Παρατηρήσεις.

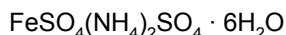
- 1) Το νερό πρέπει να έχει βράσει, επειδή περιέχει ευοξειδωτες ουσίες που ανάγουν μέρος του KMnO_4 , προς MnO_2 .
- 2) Το διάλυμα που παρασκευάζεται, πριν φυλαχθεί ή χρησιμοποιηθεί, διηθείται από ηθμό υαλοβάμβακα και όχι από κοινό ηθμό (διηθητικό χαρτί), γιατί αυτός περιέχει ευοξειδωτες ουσίες.
- 3) Το διάλυμα φυλάσσεται σε σκοτεινή φιάλη, επειδή το φως καταλύει τη διάσπαση του KMnO_4 .



- 4) Το KMnO_4 δρα παρουσία όξινου περιβάλλοντος από αραιό H_2SO_4 . Δεν χρησιμοποιείται HNO_3 γιατί δρα οξειδωτικά, το δε HCl παρέχει Cl^- , τα οποία οξειδώνονται σε ελεύθερο χλώριο (Cl_2), οπότε θα έχουμε αυξημένη κατανάλωση KMnO_4 , σύμφωνα με την αντίδραση:



- 5) Η τιτλοδότηση του KMnO_4 γίνεται με αναγωγικά σώματα, όπως το $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, ο καθαρός σίδηρος, το αλάτι του Mohr του τύπου:



Άσκηση 2η

16.3 Προσδιορισμός Fe^{2+} κατά Margueritte.

16.3.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η αρχή της μεθόδου αυτής βασίζεται στη διάλυση του μετάλλου από αραιό H_2SO_4

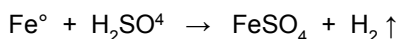
και ακολούθως στην οξειδωσή του διά ογκομετρήσεως με διάλυμα KMnO_4 .

16.3.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) Σιδηρούχο μετάλλευμα ή σύρμα ή ρινίσματα σιδήρου.
- 2) Διάλυμα αραιού H_2SO_4 1 : 2.
- 3) Διάλυμα KMnO_4 0,1 N.
- 4) Κωνική φιάλη των 250 ml.
- 5) Προχοϊδα των 25 ml και σιφώνια των 1–2 ml και 10 ml.

16.3.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη φέρονται 0,1 g σύρματος.
- 2) Προσθέτομε αραιό H_2SO_4 (1 : 2) για τη διαλυτοποίησή του και θερμαίνουμε ήπια.
- 3) Προσθέτομε άλλα 10 ml H_2SO_4 μετά την πλήρη διάλυση.
- 4) Ογκομετρούμε με 0,1 N KMnO_4 μέχρι ρόδινου χρώματος.
- 5) Έστω η κατανάλωση για την πλήρη οξείδωση είναι 16,4 ml 0,1 N KMnO_4 (Σ.Δ. 1,0238).
- 6) Αντιδράσεις προσδιορισμού (ογκομετρήσεως).



16.3.4 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 N KMnO_4 οξειδώνουν 5,6 g Fe (g-eq Fe = $\frac{56}{1} = 56$)

$$16,4 \times 1,0238 \quad x = 0,094 \text{ g}$$

Τα 0,1 g σύρματος περιέχουν 0,094 g Fe
100 $x = 94 \text{ g}$

Άρα καθαρός σίδηρος 94%.

Παρατηρήσεις.

- 1) Η αναγωγή των τυχόν υπαρχόντων Fe^{3+} γίνεται με το εκλυόμενο αέριο H_2 .
- 2) Η διάλυση και η ογκομέτρηση πρέπει να γίνεται απουσία O_2 , το οποίο οξειδώνει το Fe^{2+} σε Fe^{3+} .

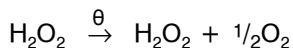
Άσκηση 3η

16.4 Προσδιορισμός H_2O_2 (μέθοδος οξειδοαναγωγής).

16.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η αρχή του προσδιορισμού αυτού βασίζεται στην αναγωγική δράση του H_2O_2 , όταν βρίσκεται σε επαφή με ισχυρά οξειδωτικά σώματα (KMnO_4), παρουσία όξινου περιβάλλοντος (H_2SO_4).

Το H_2O_2 φέρεται στο εμπόριο με την ονομασία της περιεκτικότητας 10, 30, 40 κ.λπ. όγκων. Δηλαδή διάλυμα 100 όγκων H_2O_2 δηλώνει ότι 1 ml διαλύματος αυτού αποδίδει διασπώμενο $100 \text{ cm}^3 \text{ O}_2$ σε Κ.Σ.



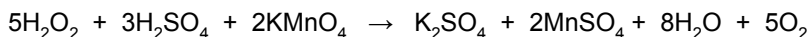
16.4.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) Διάλυμα KMnO_4 0,1 N.
- 2) Διάλυμα H_2SO_4 5 N.
- 3) Διάλυμα H_2O_2 άγνωστης περιεκτικότητας.
- 4) Προχοΐδα των 25 ml και σιφώνιο 25 ml.
- 5) Κωνική φιάλη των 250 ml.
- 6) Νερό αποσταγμένο.

16.4.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρεται με σιφώνιο των 25 ml όγκος διαλύματος H_2O_2 .
- 2) Αραιώνουμε με αποσταγμένο νερό μέχρι τα 100 ml περίπου.
- 3) Προσθέτουμε 5–10 ml 5 N H_2SO_4 .
- 4) Ογκομετρούμε με 0,1 N KMnO_4 μέχρι εμφανίσεως μόνιμης ρόδινης χροιάς στο άγνωστο διάλυμα.
- 5) Έστω η κατανάλωση για την πλήρη οξειδωση του H_2O_2 είναι 3,4 ml 0,1 N KMnO_4 .

Αντίδραση προσδιορισμού (ογκομετρήσεως):



16.4.4 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 N KMnO_4 οξειδώνουν 1,7 g H_2O_2 ($g\text{-eq} = \frac{34}{2} = 17$)

$$\frac{3,4}{\quad\quad\quad} \quad\quad\quad x ;$$

$$x = \frac{1,7 \times 3,4}{1000} = 0,578 \text{ g}$$

$$\frac{\text{Στα } 25 \text{ ml διαλύματος περιέχονται } 0,0578 \text{ g}}{100 \quad\quad\quad x ;}$$

$$x = \frac{0,0578 \times 100}{25} = 0,23 \text{ g H}_2\text{O}_2$$

Άρα η περιεκτικότητα του διαλύματος σε H_2O_2 είναι 0,23% β.ο.

16.4.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Στο εμπόριο το διάλυμα H_2O_2 έχει περιεκτικότητα 30% κ.β., δηλαδή 100

όγκων (perhydrol).

2) Διάλυμα H_2O_2 3% κ.β. (10 όγκων) παρέχεται για φαρμακευτική χρήση με την κοινή ονομασία **οξυζενέ**.

Άσκηση 4η

16.5 Προσδιορισμός σιδήρου κατά Zimmermann.

16.5.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος εφαρμόζεται όταν έχουμε σίδηρο σε τρισθενή μορφή. Αναφέρθηκε κατά την οξείδωση του Fe^{2+} (άσκηση Margueritte) σε όξινο περιβάλλον, ότι αν δεν ληφθούν κατάλληλα μέτρα, η κατανάλωση του KMnO_4 (για την οξείδωση του Fe^{2+}) αυξάνεται λόγω καταναλώσεώς του για την οξείδωση των Cl^- προς Cl_2 . Βρέθηκε όμως ότι, αν στο προς εξέταση διάλυμα προστεθεί μείγμα από MnSO_4 , H_2SO_4 και H_3PO_4 , η τάση του KMnO_4 προς οξείδωση των Cl^- μειώνεται και συνεπώς οξειδώνει μόνο το Fe^{2+} .

Επί της αρχής αυτής βασίζεται ο προσδιορισμός Fe^{3+} (αφού αναχθεί πρώτα με ήπιο αναγωγικό μέσο σε Fe^{2+}) με τη μέθοδο Zimmermann.

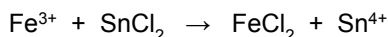
Ο ρόλος των ουσιών που αποτελούν το αντιδραστήριο Zimmermann είναι ειδικός και καθορισμένος.

1) Το MnSO_4 παρεμποδίζει την αντίδραση των Cl^- .

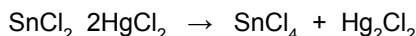
2) Το H_2SO_4 οξινίζει το διάλυμα.

3) Το H_3PO_4 αντιδρά με το Fe και αποχρωματίζει το κίτρινο διάλυμα του Fe^{3+} σχηματίζοντας $[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]^{3-}$.

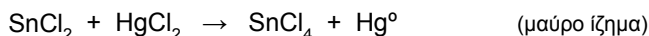
Ο ευρισκόμενος λοιπόν με την τρισθενή μορφή σιδήρος ανάγεται σε δισθενή με διάλυμα SnCl_2 (αναγωγικό):



Για την αποφυγή σφαλμάτων, η περίσσεια του SnCl_2 οξειδώνεται με διάλυμα HgCl_2 (δεν οξειδώνει το σίδηρο γιατί δεν είναι τόσο ισχυρό οξειδωτικό μέσο).



Σχηματίζεται ένα λευκό μεταξώδες ίζημα οφειλόμενο στον Hg_2Cl_2 . Στη φάση αυτή η ανάδευση πρέπει να είναι γρήγορη, για να μη πραγματοποιηθεί η αντίδραση:



Η αντίδραση αυτή είναι ανεπιθύμητη και το διάλυμα απορρίπτεται.

16.5.2 Παρασκευή απαιτούμενων διαλυμάτων.

1) Διάλυμα SnCl_2 : Διαλύονται 5 g σε 10 ml ή HCl και αραιώνονται μέχρι τα 100 ml.

2) Διάλυμα HgCl_2 : Παρασκευάζεται κορεσμένο διάλυμα.

3) Διάλυμα Zimmermann: Διαλύονται 67 g κρυσταλλικού $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ σε 500 ml H_2O . Προσθέτουμε 138 ml H_3PO_4 και 130 ml H_2SO_4 . Το όλο αραιώνεται μέχρι 1 λίτρο.

16.5.3 Τεχνική.

- 1) 50 ml διαλύματος θερμαίνονται σε κωνική φιάλη των 500 ml μέχρι τους 90°C και ανάγονται με διάλυμα SnCl_2 κατά σταγόνες, μέχρι να εξαφανισθεί το κίτρινο χρώμα.
- 2) Ψύχομε και προσθέτομε 10 ml HgCl_2 .
- 3) Αραιώνομε μέχρι τα 300 ml.
- 4) Προσθέτομε 25 ml διαλύματος Zimmermann.
- 5) Ογκομετρούμε με 0,1 N KMnO_4 μέχρι εμφανίσεως ρόδινου χρώματος. Οι υπολογισμοί και η αντίδραση είναι ίδιοι με τη μέθοδο Margueritte.
1 ml 0,1 N KMnO_4 ισοδυναμεί με 0,0056 g Fe.

Παρατηρήσεις.

Από τους δύο αναφερόμενους προσδιορισμούς σιδήρου Fe Margueritte και Zimmermann επισημαίνονται τα εξής:

- 1) Στην κατά Margueritte ο Fe βρίσκεται υπό δισθενή μορφή, ενώ στη μέθοδο Zimmermann υπό τρισθενή.
- 2) Στη μέθοδο Margueritte λαμβάνονται τα εξής μέτρα:
 - α) Η διάλυση να γίνεται απουσία O_2 , για να μην οξειδωθεί ο Fe^{2+} σε Fe^{3+} .
 - β) Η αναγωγή του υπάρχοντος Fe^{3+} γίνεται διά του εκλυομένου H_2 κατά την αντίδραση της διαλύσεως.
- 3) Στη μέθοδο Zimmermann χρησιμοποιείται το ειδικό αντιδραστήριο για να εμποδίσει την αντίδραση της οξειδώσεως των συνυπαρχόντων Cl^- .

Άσκηση 5η

16.6 Προσδιορισμός διχρωμικών $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ (έμμεση μέθοδος).

16.6.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος βασίζεται στην ογκομέτρηση της ποσότητας διαλύματος FeSO_4 (γνωστής περιεκτικότητας), η οποία έχει απομείνει μετά την αναγωγή του άγνωστου διαλύματος των $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.

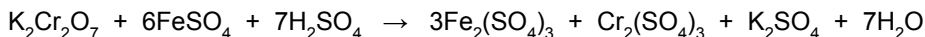
16.6.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|---|-------------------------|
| 1) Διάλυμα H_2SO_4 , (1:1). | 4) Κωνική φιάλη 250 ml. |
| 2) Διάλυμα FeSO_4 . | 5) Προχοΐδα 25 ml. |
| 3) Διάλυμα KMnO_4 0,1 N. | 6) Σιφώνιο 10 ml. |

16.6.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml διαλύματος FeSO_4 με γνωστή περιεκτικότητα.
- 2) Οξινίζομε με 10 ml H_2SO_4 .
- 3) Ογκομετρούμε με διάλυμα 0,1 N KMnO_4 . Έστω V_2 τα καταναλωθέντα ml (τυφλό).
- 4) Λαμβάνομε 10 ml από το διάλυμα των $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ σε κωνική φιάλη.
- 5) Προσθέτομε 25 ml FeSO_4 , αφού έχομε οξινίσει το διάλυμα με H_2SO_4 .

6) Ογκομετρούμε με 0,1 N KMnO_4 . Έστω V_1 τα καταναλωθέντα ml:



16.6.4 Υπολογισμοί.

Η διαφορά $V_2 - V_1$ είναι τα καταναλωθέντα ml για τα $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ τα οποία οξειδωσαν το Fe^{2+} σε Fe^{3+} . Άρα:

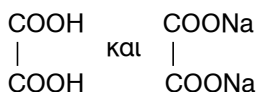
$$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} = (V_2 - V_1) (\Sigma \Delta 0,1 \text{ N } \text{KMnO}_4) \cdot 0,0049 = g$$

Τα αποτελέσματα εκφράζονται επί τοις % ή επί τοις ‰ β.ο.

$$1 \text{ ml } \text{KMnO}_4 0,1 \text{ N ισοδυναμεί με } 0,0049 \text{ g (g-eq} = \frac{\text{M.B}}{6} \text{) } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

Άσκηση 6η

16.7 Προσδιορισμός μείγματος.



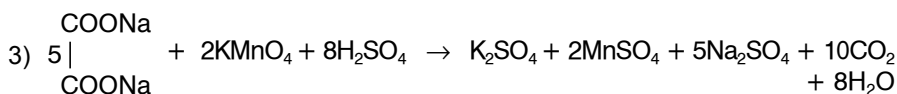
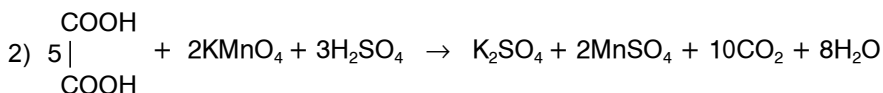
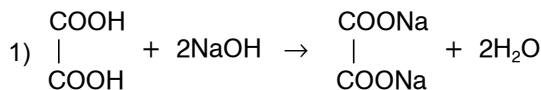
16.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Ο προσδιορισμός βασίζεται στην εξουδετέρωση του οξαλικού οξέος από το NaOH και στην αναγωγική δράση των συστατικών του μείγματος, τα οποία οξειδώνονται με την προσθήκη προτύπου διαλύματος KMnO_4 .

16.7.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|---------------------------------------|----------------------------|
| 1) Διάλυμα 0,1 N NaOH . | 4) 0,1 N KMnO_4 . |
| 2) Διάλυμα φαινόλοφθαλϋνης 1%. | 5) Κωνική φιάλη 250 ml. |
| 3) Αραιό H_2SO_4 1:1. | 6) Προχοΐδα 25 ml. |

16.7.3 Αντιδράσεις που πραγματοποιούνται κατά τη μέθοδο.



16.7.4 Τεχνική.

- 1) Σε 25 ml διαλύματος προσθέτουμε σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης που φέρονται σε κωνική φιάλη των 250 ml.
- 2) Ογκομετρούμε με 0,1 N NaOH μέχρι αλλαγής του χρώματος από άχρωμο σε ρόδινο [αντίδραση (1)]. Έστω A ml η κατανάλωση.
- 3) Φέρομε άλλα 25 ml στην κωνική φιάλη, τα οξινίζουμε με αραιό H_2SO_4 1:1, τα θερμαίνουμε στους $70^\circ\text{--}80^\circ\text{C}$ και τα ογκομετρούμε αμέσως με 0,1 N KMnO_4 μέχρι εμφανίσεως του ρόδινου χρώματος. Έστω B ml η κατανάλωση.

16.7.5 Υπολογισμοί.

$B - A = \Gamma$ κατανάλωση για το $(\text{COONa})_2$ και A για εξουδετέρωση $(\text{COOH})_2$.

Τα 1 ml 0,1 N KMnO_4 ή 0,1 N NaOH εξουδετερώνουν ή οξειδώνουν αντίστοιχα 4,5 mg $(\text{COOH})_2$ και 6,7 mg $(\text{COONa})_2$.

Η σύσταση του μείγματος εκφράζεται σε g % β.ο.

16.7.6 Αριθμητικό παράδειγμα.

αραίωση: 10 $\rightarrow$ 100 ml

A = 3,4 ml 0,1 N NaOH Σ.Δ. = 0,9880 (όγκος δείγματος 25 ml)

B = 8,1 ml 0,1 N KMnO_4 Σ.Δ. = 1,0340 (όγκος δείγματος 25 ml)

$\Gamma = B - A = 98,1 - 3,4 = 4,7$ ml για οξείδωση του $(\text{COONa})_2$

Άρα:

Τα 1000 ml 0,1 N πρót. διαλ. ισοδυν. με 4,5g $(\text{COOH})_2$ 6,7g $(\text{COONa})_2$

3,4	x_1 ;	x_2 ;	

$$x_1 = \frac{4,5 \times 3,4}{1000} = 0,0153 \text{ g}$$

$$x_2 = \frac{6,7 \times 4,7}{1000} = 0,0315 \text{ g}$$

Στα 25 ml περιέχονται	0,0153 g	και	0,0315 g
100	y_1 ;		y_2 ;

$$y_1 = (\text{COOH})_2 = 0,0612 \text{ g}$$

$$y_2 = (\text{COONa})_2 = 0,126 \text{ g}$$

Η επί τοις % περιεκτικότητα στο αρχικό διάλυμα είναι επομένως

$$(\text{COOH})_2 = 0,0612 \times 10 = 0,61\%$$

$$(\text{COONa})_2 = 0,126 \times 10 = 1,26\%$$

Ασκήσεις.

- 1) 0,912 g σιδηρούχου μεταλλεύματος διαλύθηκαν σε περίσσεια αραιού H_2SO_4 , απουσία O_2 . Ογκομετρώντας το διάλυμα καταναλώθηκαν 56,2 ml διαλύματος KMnO_4 που περιέχουν 3,16 g αλάτος ανά λίτρο (3,16 g/l). Πόσο επί τοις % Fe περιέχει το ορυκτό;

- 2) 2 ml διαλύματος H_2O_2 αναμείχθηκαν με αραιό H_2SO_4 και καταναλώθηκαν για την πλήρη οξειδωσή τους 35,3 ml 0,1 N KMnO_4 ($\Sigma.\Delta. = 1$). Ποια η επί τοις % κ.β. του διαλύματος σε H_2O_2 , αν το ε.β. αυτού είναι 1,010 g/ml; Επίσης να υπολογίσετε πόσων όγκων είναι το διάλυμα.
- 3) 10 ml διαλύματος οξαλικού οξέος απαιτούν για την οξειδωσή τους 27,3 ml 0,1 N KMnO_4 ($\Sigma.\Delta. = 0,987$). Πόσο επί τοις % β.ο. ανυδρό οξαλικό οξύ περιέχει το διάλυμα;
- 4) 50 ml διαλύματος που περιέχει Fe^{2+} και Fe^{3+} απαιτούν για την ογκομέτρησή τους 15,1 ml διαλύματος KMnO_4 0,1 M. Άλλα 50 ml από το ίδιο διάλυμα ανάγονται με Zn παρουσία οξέος, οπότε ακολούθως για την πλήρη οξειδωσή τους απαιτούνται 24 ml του 0,1 N KMnO_4 . Ποια είναι η ανά λίτρο περιεκτικότητα του διαλύματος σε δισθενή και τρισθενή σίδηρο;
- 5) 25 ml διαλύματος $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ που περιέχει 7 g άλατος σε 250 ml, οξινίζονται με αραιό H_2SO_4 και ογκομετρούνται με διάλυμα KMnO_4 . Απαιτούνται 20,5 ml του διαλύματος αυτού για την πλήρη οξειδωση του Fe^{3+} . Να υπολογίσετε τη μοριακότητα και κανονικότητα του διαλύματος του KMnO_4 (0,0246 M).
- 6) 2 g μη καθαρών κρυστάλλων $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ζυγίσθηκαν με ακρίβεια, διαλύθηκαν με αποσταγμένο νερό και έγιναν διάλυμα 250 ml.
25 ml του διαλύματος οξινίσθηκαν με αραιό H_2SO_4 και βρέθηκαν να είναι ισοδύναμα με 30 ml διαλύματος KMnO_4 που περιέχει 3,16 g KMnO_4 ανά λίτρο. Να υπολογίσετε την καθαρότητα των κρυστάλλων επί τοις %.
- 7) Διάλυμα περιέχει μείγμα H_2SO_4 και $(\text{COOH})_2$. Για την εξουδετέρωση 25 ml του διαλύματος αυτού απαιτούνται 35,5 ml 0,1 N NaOH . Για την πλήρη οξειδωση 25 ml του ίδιου διαλύματος των δύο οξέων απαιτούνται 23,45 ml 0,1 N KMnO_4 .
Ζητείται: α) Η κανονικότητα του διαλύματος σε σχέση προς το H_2SO_4 και προς το $(\text{COOH})_2$.
β) Η ποσότητα σε g κάθε οξέος ανά λίτρο διαλύματος.
- 8) Διάλυμα 20 ml, που περιέχει Na_2SO_4 και FeSO_4 παρέχει 0,64 g ιζήματος BaSO_4 με την προσθήκη περίσσειας διαλύματος BaCl_2 .
40 ml του ίδιου διαλύματος μετά την οξίνιση με H_2SO_4 ανάγουν 31,4 ml 0,1 N διαλύματος KMnO_4 . Πόσα g των δυο θειικών αλάτων περιέχονται σε ένα λίτρο του αρχικού διαλύματος;
- 9) 3,25 g ακάθαρτου FeCO_3 διαλύονται σε διάλυμα HCl . Το διάλυμα αραιώνεται στα 250 ml. 25 ml διαλύματος αυτού οξειδώνονται πλήρως με 24,25 ml 0,1 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Να ευρεθεί η επί τοις % περιεκτικότητα του ακάθαρτου FeCO_3 σε καθαρό.

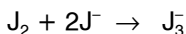
ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΕΒΔΟΜΟ

ΙΩΔΙΟΜΕΤΡΙΑ

(οξειδοαναγωγικοί προσδιορισμοί)

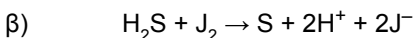
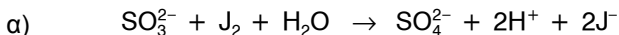
17.1 Γενικές πληροφορίες.

Η ιωδιομετρία είναι ογκομετρική ανάλυση που καλύπτει ογκομετρήσεις με πρότυπο διάλυμα ιωδίου, στις οποίες το δραστικό ιόν είναι το J_2 .



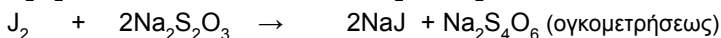
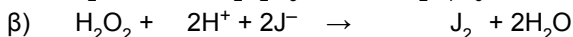
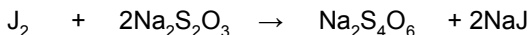
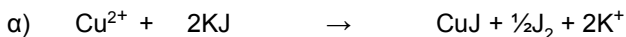
Για λόγους όμως απλότητας στην αναλυτική μέθοδο χρησιμοποιείται το J_2 . Στην ιωδιομετρία περιλαμβάνονται δύο μέθοδοι:

- 1) Η **άμηση**, κατά την οποία οι ογκομετρήσεις γίνονται απευθείας με διάλυμα J_2 (ιωδιομετρία) και εξετάζει πάντοτε αναγωγικές ουσίες, εφόσον το J_2 είναι μέτριο οξειδωτικό μέσο. Π.χ.:



Το πέρας της αντιδράσεως σ' αυτές τις ογκομετρήσεις βρίσκεται από την εμφάνιση μπλε χρώματος, λόγω του χρησιμοποιουμένου δείκτη διαλύματος αμύλου.

- 2) Η **έμμεση**, κατά την οποία χρησιμοποιείται ως πρότυπο διάλυμα θειοθειικό νάτριο ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) και προσδιορίζονται σε όξινο περιβάλλον οξειδωτικά σώματα. Το οξειδωτικό διάλυμα κατεργάζεται με περίσσεια KJ, οπότε ελευθερώνεται J_2 . Τέλος αυτό ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα $Na_2S_2O_3$ κατά τις αντιδράσεις:



Εδώ το πέρας της αντιδράσεως βρίσκεται από τη μετατροπή του μπλε χρώματος του αμύλου σε άχρωμο.

Συμπεραίνεται λοιπόν ότι κατά την **άμηση μέθοδο** το ιώδιο δρα **οξειδωτικά**, ενώ κατά την **έμμεση, αναγωγικά**. Είναι φανερό και αυτονόητο ότι η εκλογή της μεθόδου

εξαρτάται από το είδος του υπό προσδιορισμό στοιχείου ή ρίζας. Έτσι με την πρώτη μέθοδο (ιωδιομετρία) οξειδώνονται: το H_2SO_3 προς H_2SO_4 , το H_2S προς S , τα As^{3+} προς As^{5+} (αρσενικώδη προς αρσενικά) κ.λ.π..

Με τη δεύτερη μέθοδο (ιωδιομετρία) προσδιορίζονται: τα Br^- , Cl^- , JO_3^- , MnO_4^- , Cu^{2+} κ.λ.π..

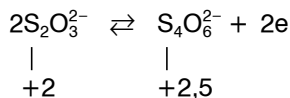
Άσκηση 1η

17.2 Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

17.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Το θειοθειικό νάτριο φέρεται στο εμπόριο με τη μορφή του ένυδρου άλατος $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Το Μ.Β. είναι 248,19 g, από την αντίδραση:



Αρα προκύπτει ότι στα 2 άτομα S που περιέχονται στο θειοθειικό αντιστοιχεί μεταβολή (τετραθειονικό) αριθμού οξειδώσεως κατά + 1. Έτσι το ισοδύναμο βάρος συμπίπτει με το Μ.Β. (g-eq = mol).

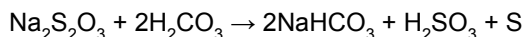
Συνεπώς για να παρασκευασθεί 1 λίτρο 0,1 N διαλύματος αυτού θα ζυγισθούν

$$\frac{248,19}{10} = 24,819 \approx 25 \text{ g άλατος «p.a.»}$$

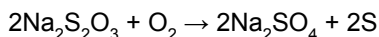
Το χρησιμοποιούμενο νερό θα πρέπει να είναι αποσταγμένο και βρασμένο.

Ο βρασμός του αποβλέπει:

- 1) Στην απομάκρυνση του CO_2 , το οποίο δρα κατά την αντίδραση:



- 2) Στην απομάκρυνση του O_2 , το οποίο επιδρά ως εξής:



- 3) Στην καταστροφή βακτηριδίων, τα οποία αποσυνθέτουν τα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Αυτό όμως μπορεί να αποφευχθεί με προσθήκη στο διάλυμα 0,1 g βόρακα ή λίγων σταγόνων χλωροφορμίου.

Τα διαλύματα του $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ φυλάσσονται πάντοτε σε σκοτεινές φιάλες αντιδραστηρίων.

17.2.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ «p.a.».

- 2) Διάλυμα αμύλου 1%.

- 3) ΚJ «p.a.».

- 4) Πρότυπο διάλυμα KMnO_4 0,1 N.
- 5) Διάλυμα H_2SO_4 (1:1).
- 6) Ογκομετρική φιάλη 1 λίτρου, κωνική 250 ml και προχοΐδα 25 ml.

17.2.3 Τεχνική.

- A.** 1) Ζυγίζονται με ακρίβεια 25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
 2) Διαλύονται προσεκτικά με αποσταγμένο και βρασμένο νερό.
 3) Μεταφέρεται το όλο στην ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου και συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή με αποσταγμένο νερό, αφού προσθέτομε και 3–5 σταγόνες χλωροφορμίου.
 4) Αναδεύουμε και φυλάσσουμε το διάλυμα σε σκοτεινόχρωμη φιάλη.
- B.** 1) Η τιτλοδότηση του διαλύματος γίνεται με πρότυπο διάλυμα KMnO_4 0,1 N ως εξής:
 2) Σε κωνική φιάλη των 500 ml φέρομε 3 g KJ και 200 ml νερού.
 3) Προσθέτομε 10 ml H_2SO_4 1:1, αναδεύουμε και προσθέτομε 25 ml KMnO_4 0,1 N με τη βοήθεια προχοΐδας.
 4) Μετά από ισχυρή ανάδευση αφήνομε 5 min για να γίνει η αντίδραση:

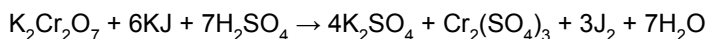


- 5) Τέλος ογκομετρούμε με το παρασκευασθέν διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N μέχρι ανοιγκτοκίτρινου χρώματος.
 Στο σημείο αυτό προσθέτομε 3 σταγόνες δείκτη αμύλου, οπότε εμφανίζεται μπλε χρώμα.
 6) Συνεχίζομε την ογκομέτρηση μέχρι αποχρωματισμού του διαλύματος.
 7) Έστω η κατανάλωση 24,9 ml.
 8) Τότε ο Σ.Δ. είναι:

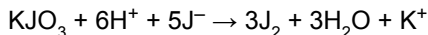
$$\text{Σ.Δ.} = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{25}{24,9} = 1,0035$$

Παρατηρήσεις.

- 1) Η τιτλοδότηση μπορεί να γίνει με $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ «p.a.» που ανάγεται με όξινο διάλυμα KJ σε πράσινο χρωμικό άλας με σύγχρονη ελευθέρωση ισοδύναμης ποσότητας J_2 , κατά την αντίδραση:



- 2) Μια ακόμη τεχνική τιτλοδοτήσεως του $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ είναι η διά KJO_3 , κατά την αντίδραση:



Το ελευθερούμενο ιώδιο είναι ισοδύναμο προς KJO_3 και ογκομετρείται με το υπό τιτλοδότηση διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

Η τεχνική της μεθόδου του KJO_3 γίνεται ως εξής:

Διαλύονται 0,3567 g KJO_3 σε 1 λίτρο H_2O και 25 ml του διαλύματος ογκομετρούνται, αφού προστεθούν 0,5 g KJ και 10 ml πυκνού HCl , παρουσία δείκτη αμύλου.

Άσκηση 2η

17.3 Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 N J_2 .

17.3.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Είναι γνωστό ότι το J_2 είναι δυσδιάλυτο στο νερό. Η διαλυτότητά του είναι 0,33 g/λίτρο στους 25°C.

Το μειονέκτημα διορθώνεται με τη διάλυση του J_2 σε υδατικό διάλυμα KJ που αυξάνει έτσι τη διαλυτότητά του, επειδή σχηματίζεται το τριιωδικό ιόν J_3^- :



Το g-eq του ιωδίου είναι όσο και το g-at αυτού, δηλαδή 126,91 g.

Η ζύγιση του J_2 δεν έχει μεγάλη ακρίβεια, λόγω της ιδιότητάς του να εξαχνώνεται. Γι' αυτό ζυγίζεται σε φαρμακευτικό ζυγό.

17.3.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Ιώδιο (J_2) «p.a.».
- 2) Πρότυπο διάλυμα 0,1 N $Na_2S_2O_3$.
- 3) Διάλυμα αμύλου 1%.
- 4) KJ «p.a.».

17.3.3 Τεχνική.

- A.** 1) Ζυγίζονται 12,7 g J_2 «p.a.» σε φαρμακευτικό ζυγό και μεταφέρονται σε πυκνό διάλυμα KJ (25 g KJ «p.a.» σε 30 ml αποσταγμένου νερού).
2) Ανακινούμε μέχρις ότου επιτευχθεί η διάλυση του J_2 .
3) Ακολούθως μεταφέρουμε το διάλυμα σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου και συμπληρώνουμε με αποσταγμένο νερό μέχρι τη χαραγή.
4) Αναδεύουμε αντιστρέφοντας τη φιάλη και τέλος μεταφέρουμε το παρασκευασθέν διάλυμα σε σκουρόχρωμη φιάλη με σμυρισμένο πώμα.
- B.** 1) Για την τιτλοδότηση του 0,1 N J_2 (διαλύματος) χρησιμοποιείται πρότυπο διάλυμα 0,1 N $Na_2S_2O_3$.
2) Σε κωνική φιάλη των 500 ml φέρομε με προχοϊδα 25 ml του 0,1 N διαλύματος ιωδίου.
3) Αραιώνουμε με 200–300 ml νερού και ογκομετρούμε παρουσία δείκτη αμύλου, με 0,1 N $Na_2S_2O_3$ μέχρι να εξαφανισθεί το μπλε χρώμα.

17.3.4 Υπολογισμοί.

Έστω για τα 25 ml διαλύματος 0,1 N J_2 καταναλώθηκαν 25,2 ml 0,1 N $Na_2S_2O_3$
Σ.Δ. = 0,997, τότε ο Σ.Δ. του διαλύματος του J_2 θα είναι:

$$\Sigma.\Delta. = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{25,2 \cdot \Sigma.\Delta.}{25} = \frac{25,2 \times 0,997}{25} = 1,005$$

$$\Sigma.\Delta J_2 = 1,005$$

17.3.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Το άμυλο αντιδρά με το ιώδιο και σχηματίζει σύμπλοκο έντονου μπλε χρώματος.
- 2) Το σύμπλοκο αυτό είναι αδιάλυτο στο νερό και γι' αυτό η προσθήκη του αμύλου πρέπει να γίνεται προς το τέλος τις αντιδράσεως.
- 3) Στο εμπόριο διατίθεται σήμερα η υδατοδιαλυτή αμυλόζη, για τις ιωδιομετρικές ογκομετρήσεις.
- 4) Η παρασκευή του δείκτη αμύλου γίνεται με διάλυση 1 g αυτού σε 100 ml βραστού νερού. Η προσθήκη του αμύλου γίνεται υπό ανάδευση και η θέρμανση συνεχίζεται για 1–2 min.

Άσκηση 3η

17.4 Προσδιορισμός χαλκού Cu^{2+}

17.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Ο προσδιορισμός του Cu^{2+} γίνεται ιωδιομετρικά και είναι τόσο ακριβής στο αποτέλεσμα όσο και ο ηλεκτρολυτικός. Βασίζεται στην αναγωγή του Cu^{2+} από τον KJ, στην ελευθέρωση του J_2 και την ογκομέτρησή του με διάλυμα 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ σε ελαφρά όξινο ή ουδέτερο περιβάλλον.

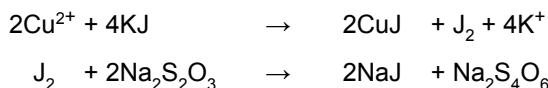
17.4.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|--|-----------------------------|
| 1) Ιωδιούχο κάλιο KJ. | 4) Κωνική φιάλη των 250 ml. |
| 2) Διάλυμα 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. | 5) Προχοΐδα των 25 ml. |
| 3) Δείκτης αμύλου 1%. | |

17.4.3 Τεχνική.

- 1) Σε 50 ml διαλύματος χαλκού προστίθεται 1 g KJ.
- 2) Ογκομετρούμε το ελευθερούμενο J_2 με 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ παρουσία δείκτη αμύλου μέχρι αποχρωματισμού.

17.4.4 Αντιδράσεις και υπολογισμοί.



Από τις αντιδράσεις προκύπτει ότι για κάθε άτομο Cu^{2+} ελευθερώνεται ένα άτομο ιωδίου J_2 , το οποίο ανάγεται από ένα 1 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

1 ml 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ισοδυναμεί με 0,0063 g Cu^{2+} .

17.4.5 Τεχνικές πληροφορίες.

Αν ο χαλκός έχει προκύψει από διαλυτοποίηση ορυκτού θα πρέπει:

- 1) Να ρυθμισθεί το pH του διαλύματος σε τιμή 4, για να αποφύγουμε την οξείδωση των αρσενικωδών.

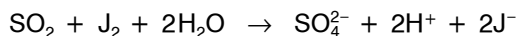
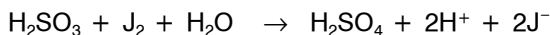
- 2) Ο σίδηρος να συμπλοκοποιηθεί, γιατί σε pH 4 καθιζάνει ως $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Αυτό επιτυγχάνεται με προσθήκη $\text{NH}_4 \cdot \text{HF}_2$, οπότε έχομε και το επιθυμητό pH και το Fe σαν ευδιάλυτο άλας του τύπου $[\text{FeF}_6]^{3-}$.
- 3) Οι νιτρώδεις ατμοί που προέρχονται από την αντίδραση της επιδράσεως του HNO_3 (κατά τη διαλυτοποίηση), πρέπει να δεσμευθούν. Αυτό επιτυγχάνεται με προσθήκη ουρίας $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$.

Άσκηση 4η

17.5 Προσδιορισμός θειώδους ανυδρίτη.

17.5.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

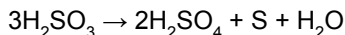
Το H_2SO_3 οξειδώνεται με διάλυμα ιωδίου προς H_2SO_4 και η περίσσεια του J_2 ογκομετρείται με πρότυπο 0,1 N διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:



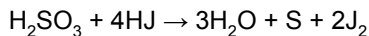
ή

Για να είναι ικανοποιητικά τα αποτελέσματα των προσδιορισμών του SO_2 πρέπει:

- 1) Τα διαλύματα του θειώδους οξέος να είναι αραιά.
- 2) Τα διαλύματα του H_2SO_3 ή των αλάτων του να προστίθενται βραδέως και υπό συνεχή ανάδευση στο πρότυπο διάλυμα του J_2 και όχι αντίστροφα.
- 3) Τα διαλύματα του H_2SO_3 να έρχονται όσο το δυνατό λιγότερο σε επαφή με τον ατμοσφαιρικό αέρα. Έτσι, όταν η ογκομέτρηση γίνεται με τις παραπάνω συνθήκες, αποφεύγεται:
 - α) Η απώλεια SO_2 λόγω εξατμίσεως.
 - β) Η αποβολή S λόγω της αντιδράσεως που λαμβάνει χώρα όταν τα διαλύματα του H_2SO_3 είναι πυκνά:



Η αντίδραση αυτή καταλύεται με το παραγόμενο HJ και είναι δυνατόν να συντελεσθεί με αυτό το ίδιο.



- γ) Η από τον αέρα οξείδωση των θειωδών σε θειικά.

Η ογκομέτρηση του θειώδους ανυδρίτη (θειωδών) μπορεί να γίνει και με την άμεση μέθοδο με πρότυπο διάλυμα J_2 οξινιζόμενου του δοθέντος διαλύματος με 0,1 N HCl.

17.5.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|---|---------------------------------------|
| 1) Διάλυμα J_2 0,1 N. | 4) Διάλυμα αμύλου 1%. |
| 2) Διάλυμα HCl 2 N. | 5) Διάλυμα θειωδών (SO_2). |
| 3) Διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N. | 6) Κωνική προχοϊδα και σιφώνια. |

17.5.3 Τεχνική.

- 1) 25 ml δοθέντος διαλύματος αραιώνονται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml.
- 2) Προσθέτομε 10 ml αυτού του διαλύματος σε κωνική φιάλη των 250 ml που περιέχει 20 ml 0,1 N J_2 (περίσσεια), 5 ml HCl 2 N και 150 ml H_2O .
- 3) Ογκομετρούμε την περίσσεια του J_2 με 0,1 N $Na_2S_2O_3$ παρουσία αμύλου.
Έστω α ml η κατανάλωση.
- 4) Ογκομετρούμε 20 ml 0,1 N J_2 με το πρότυπο διάλυμα του θειοθειικού (τυφλό δείγμα).
Έστω β ml η κατανάλωση.
Άρα $\beta - \alpha = \pi$ ml.
Είναι αυτά που αντέδρασαν με το SO_2 .

17.5.4 Υπολογισμοί.

Τα 1000 ml 0,1 N $Na_2S_2O_3$ αντιδρούν με	3,2 g SO_2
π	x ;

$$x_1 = \frac{3,2 \pi}{1000} \text{ g}$$

Στα 10 ml περιέχονται	$\frac{3,2 \pi}{1000} \text{ g } SO_2$
250	x;

$$x = \frac{3,2 \pi \times 25}{1000} = 0,008 \pi \text{ g } SO_2$$

Στα 25 ml αρχικού δείγματος περιέχονται	0,008 π g SO_2
1000	x ;

$$\frac{3,2 \pi}{1000} \text{ g } SO_2$$

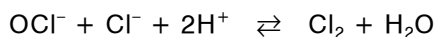
Παρατήρηση.

Το g-eq του SO_2 είναι $\frac{64}{2} = 32 \text{ g}$, όπου 64 το M.B. του SO_2 .

Άσκηση 5η**17.6 Προσδιορισμός ενεργού χλωρίου σε διαλύματα.****17.6.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.**

Οι λευκαντικές ουσίες ή τα διαλύματα, περιέχουν συνήθως ως ενεργό συστατικό **υποχλωριώδη** άλατα.

Ως ενεργό χλώριο αναφέρεται το χλώριο που ελευθερώνεται από τις λευκαντικές ουσίες μετά την επίδραση σ' αυτές αραιών οξέων:



17.6.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

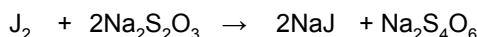
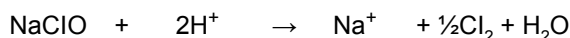
- 1) Διάλυμα 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
- 2) KJ «p.a.».
- 3) Οξικό οξύ CH_3COOH .
- 4) Διάλυμα χλωρίνης.
- 5) Δείκτης άμυλο.

17.6.3 Τεχνική.

- 1) 25 ml χλωρίνης αραιώνονται με αποσταγμένο νερό σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml.
- 2) Σε κωνική φιάλη του 250 ml φέρονται 25 ml του διαλύματος, 25 ml νερού, 2 g KJ (ή 20 ml 10% σε KJ) και 10 ml CH_3COOH .
- 3) Ογκομετρούμε το διάλυμα σε 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, παρουσία δείκτη αμύλου μέχρις ότου το διάλυμα γίνει άχρωμο.

17.6.4 Υπολογισμοί.

Οι αντιδράσεις που πραγματοποιήθηκαν είναι:



Έστω 12,5 ml η κατανάλωση του 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Η επί τοις % β.ο. περιεκτικότητα της χλωρίνης σε ελεύθερο χλώριο θα είναι:

Τα	1000 ml 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ισοδυναμούν με 3,55 g Cl	
	12,5	x;

$$x = \frac{3,55 \times 12,5}{1000} = 0,0444 \text{ g}$$

Στα	25 ml περιέχονται 0,0444 g Cl	
	250	x ;

$$x = 0,444 \text{ g Cl}$$

Στα	25 αρχικού περιεχόμενου 0,444 g Cl	
	1000	x ;

$$\text{Cl} = 17,7\% \text{ β.ο.}$$

17.6.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Τα διαλύματα του NaClO του εμπορίου αποτελούν τους διάφορους τύπους χλωρίνης. Τα διαλύματα αυτά έχουν ισχυρή οξειδωτική δράση και σε αραιές διαλύσεις τους. Χρησιμοποιούνται ως λευκαντικά (ρούχων-νημάτων) και μικροβιοκτόνα μέσα.
- 2) Η δραστηκότητα και η ποιότητα ενός διαλύματος υποχλωριώδους νατρίου είναι

ανάλογη με την περιεκτικότητά του σε ενεργό χλώριο.

3) Έτσι για την αποστείρωση σκευών βιομηχανιών και εργαστηρίων η περιεκτικότητά πρέπει να είναι ≈ 100 p.p.m.

Για την αποστείρωση όμως δαπέδων τοίχων κ.λ.π. η περιεκτικότητα κυμαίνεται γύρω στα 250 p.p.m.

Άσκηση 6η

17.7 Προσδιορισμός MnO_2 σε πυρολουσίτη.

17.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος του προσδιορισμού βασίζεται στη διάσπαση του MnO_2 και την αναγωγή του από θερμό HCl . Τότε εκλύεται ελεύθερο χλώριο Cl_2 , το οποίο διοχετευόμενο σε διάλυμα KJ ελευθερώνει αντίστοιχα J_2 . Αυτό αν ογκομετρηθεί με διάλυμα $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ παρέχει το ποσό του οξειδωτικού σώματος.

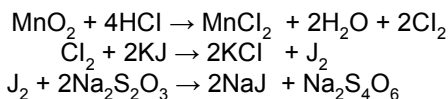
17.7.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) Ιωδιούχο κάλιο KJ (30%).
- 2) Διάλυμα πυκνού HCl .
- 3) Διάλυμα 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
- 4) Δείκτης άμυλο.
- 5) Σφαιρική φιάλη ευρύλαιμη, διαχωριστική χοάνη και απαγωγός σωλήνας.
- 6) Προχοΐδα 25 ml.
- 7) Ογκομετρικός κύλινδρος 50 ml.
- 8) Δισδιάτρητο πώμα.

17.7.3 Τεχνική.

- 1) 0,1 g κονιοποιημένου πυρολουσίτη φέρονται σε σφαιρική φιάλη της συσκευής.
- 2) Προσθέτομε διαδοχικά 30 ml πυκνό HCl .
- 3) Στον υποδοχέα της συσκευής τοποθετούμε 30 ml KJ 30%.
- 4) Θερμαίνουμε το διάλυμα της φιάλης μέχρι να αποσταχθούν τα $\frac{4}{5}$ του διαλύματος.
- 5) Το εκλυόμενο Cl_2 διαβιβάζεται στον υποδοχέα.
- 6) Ογκομετρούμε το ελευθερούμενο J_2 με 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ παρουσία δείκτη αμύλου μέχρι αποχρωματισμού.

17.7.4 Αντιδράσεις και υπολογισμοί.



Έστω α τα καταναλωθέντα ml 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

$$\text{MnO}_2 = \alpha \times \Sigma\Delta \times 0,00435 = \beta \text{ g} \quad (\text{g-eq MnO}_2 = \frac{87}{2} = 43,5 \text{ g})$$

Κατόπιν υπολογίζουμε την επί τοις % περιεκτικότητα του πυρολουσίτη σε καθαρό MnO_2 .

Αφού τα	0,1 g πυρολουσίτη έδωσαν	β g MnO_2
	100	x ;

$$x = g\%$$

Ασκήσεις.

- 1) Σε 25 ml υδροθειούχου νερού προσθέτομε 30 ml διαλύματος J_2 περιεκτικότητας 12,7% β.ο. Δοθέντος ότι η ποσότητα J_2 που δεν αντέδρασε είναι 0,1511 g, ποια είναι η περιεκτικότητα του νερού σε H_2S ;
- 2) 100 ml διαλύματος NaHSO_3 ($d = 1,355$) αραιώνονται με νερό μέχρις όγκου 1000 ml. 50 ml από το διάλυμα αντιδρούν πλήρως με 34,7 ml διαλύματος J_2 1 N. Ποια είναι η επί % κ.β. περιεκτικότητα του διαλύματος σε NaHSO_3 ;
- 3) Ποιος όγκος M/10 διαλύματος $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, θα απαιτηθεί για να αποχρωματίσει 10 ml διαλύματος ιωδίου 3% β.ο.; Ποιος όγκος επίσης θα απαιτηθεί για να αποχρωματίσει 10 ml του ίδιου διαλύματος στο οποίο έχουν προστεθεί 0,499 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, αν ληφθεί υπόψη ότι το διάλυμα του J_2 περιέχει KJ;
- 4) 25,2 g διαλύματος που έχει κορεσθεί με CuSO_4 στους 35°C έγιναν 200 ml με απιονισμένο νερό. 25 ml του αραιού αυτού διαλύματος αντέδρασαν με KJ για να ελευθερώσουν J_2 που ογκομετρήθηκε με 33,5 ml 0,118 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
Υπολογίστε τη διαλυτότητα του CuSO_4 στους 35°C .
- 5) Ποιο είναι το βάρος του πυρολουσίτη περιεκτικότητας 64% σε MnO_2 που απαιτείται για την ελευθέρωση J_2 από 100 g KJ;
α) Με απευθείας κατεργασία του με H_2SO_4 και MnO_2 ;
β) Με παρασκευή του Cl_2 και διαβίβασή του σε διάλυμα που περιέχει 100 g KJ;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΟΓΔΩΟ

ΣΥΜΠΛΟΚΟΜΕΤΡΙΑ

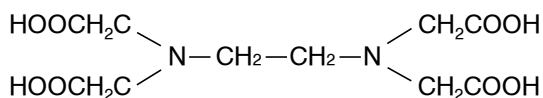
18.1 Γενικές πληροφορίες.

Πολλά κατιόντα έχουν τη δυνατότητα σταδιακού σχηματισμού συμπλόκων. Την ιδιότητα αυτή χρησιμοποιούμε στην ογκομετρία. Για να εφαρμοσθεί ο σταδιακός σχηματισμός συμπλόκων στην ογκομετρία θα πρέπει να είναι δυνατό το πέρας της ογκομετρήσεως, μετά το σχηματισμό ενός συμπλόκου.

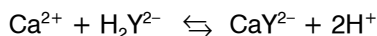
Το σύμπλοκο αυτό οφείλει να είναι περισσότερο σταθερό από το επόμενο.

Το 1945 ο Schwarzenbach βρήκε ότι τα αμινοπολυκαρβοξυλικά οξέα έχουν εξαιρετικές συμπλοκοποιητικές ικανότητες. Το σπουδαιότερο από όλα και το πλέον χρησιμοποιούμενο είναι το αιθυλενο-διαμινο-τετραοξικό οξύ που για συντομία θα αναφέρεται EDTA (προφορά ι-ντι-τι-έι), από τα αρχικά γράμματα της αγγλικής ονομασίας).

Ο συντακτικός τύπος του οξέος αυτού είναι:



Στην πράξη και στις ογκομετρικές αναλύσεις χρησιμοποιείται το μετά νατρίου υδατοδιαλυτό άλας του οξέος του τύπου (αν το οξύ συμβολίζεται H_4Y) $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$. Το ανιόν αυτού του άλατος (δινατρίου) H_2Y^{2-} αντιδρά με το μεταλλοκατιόν και σχηματίζει το σύμπλοκο. Π.χ.:

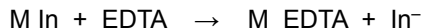


Έτσι ένα γραμμοϊόν του H_2Y^{2-} αντιδρά πάντοτε με ένα γραμμοϊόν του μετάλλου.

Η επιτυχία μιας τέτοιας ογκομετρήσεως εξαρτάται από τον ακριβή καθορισμό του τέλους της αντιδράσεως (ΙΣ). Στη συμπλοκομετρία για τις ογκομετρήσεις χρησιμοποιούνται **ειδικοί μεταλλοδείκτες**.

Οι μεταλλοδείκτες είναι ουσίες που υφίστανται εμφανή αλλαγή χρώματος, όταν η συγκέντρωση του μεταλλοκατιόντος στο διάλυμα μεταβάλλεται και είναι οι χρωστικές ουσίες που σχηματίζουν με τα διάφορα μέταλλα σύμπλοκα, τα οποία με τη σειρά τους θα πρέπει να είναι λιγότερο σταθερά από τα σύμπλοκα των μετάλλων αυτών με το EDTA.

Συμβολίζοντας το σύμπλοκο του μετάλλου και του δείκτη με $M In$, η δράση του δείκτη εξηγείται από την αντίδραση:



Αυτή η αντίδραση θα πραγματοποιηθεί μόνο εφόσον το σύμπλοκο $M In$ είναι ασταθέστερο του $M EDTA$.

Ανάλογα με την τιμή του pH του διαλύματος έχουμε και αντίστοιχη μεταβολή του χρώματος του δείκτη, ενώ το χρώμα του $M In$ είναι διαφορετικό από το χρώμα του $M EDTA$. Οι κυριότεροι δείκτες της συμπλοκομετρίας είναι:

1) *Eriochrom Black T (Erio–T).*

Παρασκευάζεται με ανάμειξη 0,1 g δείκτη και 100 g NaCl «p.a.». Το μείγμα λειοτριβείται μέχρι ομογενοποίησης σε γουδί (ιγδίο) από αχάτη.

Όταν το pH είναι κάτω από 5,5 το διάλυμα του δείκτη είναι κόκκινο, μεταξύ της τιμής 7–11 χρωματίζεται μπλε. Στην περιοχή 7–11 η προσθήκη μεταλλικών αλάτων προκαλεί αλλαγή του χρώματος από μπλε σε κόκκινο.

Προσδιορίζει Mg^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Al^{3+} , Cu^{2+} κ.λ.π..

2) *Μουρεξίδιο.*

Παρασκευάζεται κατά τον ίδιο τρόπο με το Erio–T. Δηλαδή χρησιμοποιείται και αυτό σε στερεή κατάσταση.

Είναι κατάλληλο για τον προσδιορισμό των Ca^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} κ.λ.π..

Μέχρι την τιμή pH = 9 το διάλυμά του παρέχει χρώμα κόκκινο–μωβ, ενώ μεταξύ των τιμών 9–11 μπλε–μωβ.

3) *Patton–Reeders.*

Ο δείκτης αυτός χρησιμοποιείται στην ογκομέτρηση του Ca^{2+} παρουσία Mg^{2+} . Σε pH 12–14 παρουσία Ca^{2+} και κατά την ογκομέτρηση με EDTA μεταβάλλει το χρώμα του διαλύματος από κόκκινο σε μπλε.

4) *Άλλοι δείκτες που χρησιμοποιούνται είναι:*

α) Calcon (Ca^{2+}).

β) Buffer tabletten ($Ca^{2+} + Mg^{2+}$). Σύνθετος δείκτης σε δισκία με διπλή ιδιότητα, να ρυθμίζουν δηλαδή το διάλυμα και να φανερώνουν το τέλος της αντιδράσεως. Χρησιμοποιούνται ειδικά για τον προσδιορισμό ($Ca^{2+} + Mg^{2+}$).

Άσκηση 1η

18.2 Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,01 N EDTA.

18.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Στην ανάλυση χρησιμοποιείται συνήθως διάλυμα 0,1 N EDTA ή 0,01 M EDTA.

Η ποσότητα που θα ζυγισθεί θα πρέπει να έχει ξηρανθεί στους 60°C επί 2 ώρες.

Αν τηρηθούν οι συνθήκες αυτές και η υπολογισθείσα ποσότητα ζυγισθεί με ακρίβεια, τότε το λαμβανόμενο διάλυμα του EDTA (Na_2H_2Y) δεν είναι απαραίτητο να τιτλοδοτηθεί. Ζυγίζουμε με ακρίβεια $\pm 0,1$ mg περίπου από την ποσότητα που αντιστοιχεί

στο 1 M του EDTA και με βάση αυτό (πραγματική μάζα) εξάγεται ο Σ.Δ. σε σχέση προς Θ, Σ.Δ. = Θ/Π.

Το Μ.Β. του $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ είναι 372,25. Άρα για 0,01 M διάλυμά του θα ζυγισθούν $372,25 : 100 = 3,7225 \text{ g/l}$ και για 0,01 N:

$$\text{g-eg} = \frac{372,25}{2} = 186,12 \text{ g} \quad \text{και} \quad \frac{186,12}{100} = 1,861$$

Η αντίδραση $\text{Na}_2\text{YH}_2 + \text{Me} \rightarrow [\text{MeY}]^{2-}$ είναι στοιχειομετρική 1:1 γραμμοτυπική και όχι με βάση την ισοδυναμία των αντιδραστηρίων. Το νερό που χρησιμοποιείται θα πρέπει να είναι αποσταγμένο–απιονισμένο γιατί δεν θα πρέπει να περιέχει μεταλλοκατιόντα.

18.2.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) Άλας αιθυλενο–διαμινο–τετραοξικού δινατρίου (EDTA).
- 2) Δείκτης Eriochrom Black T.
- 3) Ρυθμιστικό διάλυμα NH_4OH – NH_4Cl .
- 4) Μεταλλικός Zn «p.a.» ή $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.
- 5) Προχοΐδα 25 ml.
- 6) Ποτήρι–ογκομετρική φιάλη 1 λίτρου και κωνική φιάλη 250 ml.

18.2.3 Τεχνική.

- A.** 1) Ζυγίζονται 3,7225 g EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), τα οποία έχουν προξηρανθεί στους $60^\circ - 80^\circ\text{C}$.
- 2) Διαλύονται με αποσταγμένο νερό και μεταφέρονται σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου. Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τη χαραγή και ανακινούμε το παρασκευασθέν διάλυμα 0,01 N EDTA για ομογενοποίηση.
- 3) Το διάλυμα φυλάσσεται σε πλαστική φιάλη πολυαιθυλενίου.
- B.** 1) Η τιτλοδότηση του διαλύματος αυτού γίνεται με διάλυση μεταλλικού Zn «p.a.», ποσότητας 0,6538 g.
- 2) Η διάλυση επιτυγχάνεται με αραιό H_2SO_4 «p.a.» και παρασκευάζεται έτσι ένα διάλυμα 0,01 M Zn^{2+} ή υπολογίζεται το βάρος του Zn που θα λάβει χώρα στην αντίδραση τιτλοδότηση, έτσι ώστε να καταναλωθούν 20–30 ml 0,01 N EDTA.
- 3) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 25 ml του διαλύματος Zn^{2+} (ZnSO_4 0,01 M) και αραιώνουμε μέχρι τα 100 ml.
- 4) Προσθέτουμε 2 ml ρυθμιστικού διαλύματος και 3–5 σταγόνες Erio–T.
- 5) Ογκομετρούμε με 0,01 N EDTA μέχρι αλλαγής του χρώματος από κόκκινο σε μπλε.
- 6) Έστω 25,4 κατανάλωση (Π).
- 7) Η ποσότητα του Zn που είχε ζυγισθεί 6,538 mg τότε:
- | | | |
|------------|---------------------|-------------|
| Τα 1000 | ml 0,01 M EDTA αντ. | 0,6538 g Zn |
| ml 25 = x; | | 0,01634 g |

$$\Sigma.\Delta. = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{25}{25,4} = 0,9842$$

Άρα

Παρατηρήσεις.

- 1) Η παρασκευή του ρυθμιστικού διαλύματος γίνεται με προσθήκη 142 ml πυκνής NH_4OH σε 17,5 g NH_4Cl και στη συνέχεια αραιώνεται με αποσταγμένο νερό στα 250 ml ($\text{pH} \approx 10$).
- 2) 1 ml 0,01 M EDTA συμπλοκοποιεί 0,6538 mg Zn.
- 3) Στην περίπτωση που το διάλυμά μας είναι της μοριακότητας 0,01 N (διάλυση 3,725 g EDTA/l), τότε η ισοδύναμη ποσότητα του Zn που θα περιέχεται εν διάλυσε σε 1 λίτρο διαλύματός του θα είναι 0,6538 g/l.
- 4) Το $\text{Na}_2\text{H}_2\text{V} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ φέρεται στο εμπόριο με διάφορες ονομασίες (εκτός από EDTA) όπως: Tieriplex III, Versene, κομπλεξόνη κ.λ.π..

Άσκηση 2η**18.3 Προσδιορισμός Ca^{2+} .****18.3.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.**

Η μέθοδος προσδιορισμού βασίζεται στη συμπλοκομετρία. Ο προσδιορισμός εκτελείται σε ισχυρό αλκαλικό περιβάλλον, το οποίο επιτυγχάνεται με την προσθήκη NaOH ($\text{pH} \approx 12$).

18.3.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|-------------------------------------|----------------------------|
| 1) Διάλυμα EDTA 0,01 M. | 4) Κωνική φιάλη 250 ml. |
| 2) Eriochrom Black T (δείκτης) EBT. | 5) Προχοΐδα 25 ml. |
| 3) Πυκνό διάλυμα NaOH (4N). | 6) Σιφώνια 2 ml και 10 ml. |

18.3.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται με σιφώνιο 10 ml δείγματος νερού.
- 2) Αραιώνουμε με αποσταγμένο νερό, προσθέτουμε δείκτη μουρεξειδίου και το διάλυμα χρωματίζεται ερυθροϊώδες.
- 3) Προσθέτουμε 2 ml NaOH 4N ($\text{pH} \approx 12$).
- 4) Ογκομετρούμε με 0,01 N EDTA, μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα σε κυανοϊώδες (μωβ).

18.3.4 Υπολογισμοί.

Έστω κατανάλωση EDTA 0,01 N 6,1 ml.

Τα	1000 ml EDTA 0,01 N συμπλοκοποιούν	0,4 g Ca^{2+}
	6,1	$x = 0,00244 \text{ g Ca}$

ή 2,44 mg Ca^{2+}

Στα	10 ml νερού περιέχονται	2,44 mg Ca^{2+}
	1000	x ;

Αρα Ca:	$x = 244 \text{ mg/l}$
---------	------------------------

Άσκηση 3η

18.4 Προσδιορισμός Mg^{2+} (έμμεση μέθοδος).

18.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος προσδιορισμού των ιόντων Ca^{2+} και Mg^{2+} βασίζεται στη συμπλοκοποίηση του αθροίσματος των κατιόντων Ca^{2+} , Mg^{2+} , τα οποία προσδίδουν σκληρότητα στο νερό. Ο προσδιορισμός εκτελείται σε ελαφρά αλκαλικό περιβάλλον ($pH = 10$).

18.4.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|---|----------------------------|
| 1) Διάλυμα EDTA 0,01 M. | 4) Κωνική φιάλη 250 ml. |
| 2) Διάλυμα NH_4OH . | 5) Προχοΐδα 25 ml. |
| 3) Δείκτης buffer tabletten (ρυθμιστικό). | 6) Σιφώνια 1 ml και 10 ml. |

18.4.3 Τεχνική.

- 1) Σε κωνική φιάλη των 250 ml φέρονται 10 ml νερού. Αραιώνουμε με αποσταγμένο νερό και προσθέτουμε ένα δισκίο Buffer, το οποίο όταν διαλυθεί χρωματίζει το διάλυμα κιτρινο-καφέ.
- 2) Προσθέτουμε 1 ml NH_4OH και το διάλυμα χρωματίζεται κόκκινο ($pH = 10$).
- 3) Ογκομετρούμε με 0,01 N EDTA μέχρι εμφανίσεως πράσινου χρώματος.

18.4.4 Υπολογισμοί.

Έστω κατανάλωση 0,01 M EDTA 6,5 ml για συμπλοκοποίηση ιόντων Ca^{2+} και Mg^{2+} .

Αν από την κατανάλωση του $Ca^{2+} + Mg^{2+}$, αφαιρέσουμε την κατανάλωση της ογκομετρήσεως των Ca^{2+} , λαμβάνουμε την κατανάλωση για τη συμπλοκοποίηση του Mg^{2+} .

Έτσι $6,5 - 6,1 = 0,4$ ml EDTA 0,01 N για Mg.

Τα	1000 ml EDTA 0,01 N συμπλοκοποιούν	0,24 g Mg^{2+}
	0,4	x ;

$$x = \frac{0,12 \times 0,4}{1000} = 0,096 \text{ mg}$$

Στα	10 ml περιέχονται	0,096 mg
	1000	x ;

$$x = 9,6 \text{ mg/l}$$

Παρατήρηση.

Τα Mg^{2+} μπορούν να ογκομετρηθούν και άμεσα, αν στο δοθέν διάλυμα προσθέσουμε 10 ml διαλύματος υδροξυλαμίνης 10% (εμποδίζει την οξειδωση), ρύθμιση του pH στο 10 με NH_4OH , NH_4Cl και δείκτη Erio-T.

1 ml EDTA 0,01 N συμπλοκοποιεί 0,2432 mg Mg.

Άσκηση 4η

18.5 Προσδιορισμός ολικής σκληρότητας νερού.

18.5.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Είναι γνωστό ότι η σκληρότητα του νερού οφείλεται στα άλατα του ασβεστίου και μαγνησίου που βρίσκονται διαλυμένα σ' αυτό.

Επομένως για να προσδιορισθεί η ολική σκληρότητα, αρκεί να υπολογίσουμε την περιεκτικότητα του νερού στο σύνολο των $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$.

Ο προσδιορισμός αυτός γίνεται συμπλοκομετρικά, όπως με κάθε λεπτομέρεια αναφέρεται στο πρώτο κεφάλαιο (τεχνολογία νερού) του βιβλίου «Ποιοτικός έλεγχος υλικών» (έκδοση Ιδρύματος Ευγενίδου, σελίδα 8–Άσκηση 3η).

Η σκληρότητα εκφράζεται σε γαλλικούς και γερμανικούς βαθμούς:

1 γαλλικός βαθμός (F°) είναι 10 mg CaCO_3 /l H_2O

1 γερμανικός βαθμός (d°) είναι 10 mg CaO /l H_2O

$$1 d^\circ = 1,8 F^\circ$$

και $1 F^\circ = 0,56 d^\circ$

Η σκληρότητα διακρίνεται σε μόνιμη και παροδική (ανθρακική).

Η **μόνιμη** οφείλεται στα χλωριούχα και θειικά άλατα των Ca και Mg, ενώ η **ανθρακική** στα όξινα ανθρακικά άλατά τους.

Τα άλατα που παρέχουν την ανθρακική σκληρότητα, μπορούν να διασπασθούν με τη θέρμανση σε δυσδιάλυτα, τα οποία καθιζάνουν και έτσι απαλλάσσεται το νερό από την ανθρακική σκληρότητα, η οποία λέγεται για το λόγο αυτό και παροδική:



18.5.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

Τα όργανα που χρησιμοποιούμε και η τεχνική είναι αυτά που αναφέρονται στις παραγράφους 18.4.2 και 18.4.3.

18.5.3 Υπολογισμοί.

Η κατανάλωση λοιπόν για τη συμπλοκοποίηση του αθροίσματος των $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ έστω ότι είναι 4,5 ml.

Επειδή η σκληρότητα εκφράζεται σε CaO ή CaCO_3 , κάνουμε τη σκέψη:

Τα	1000 ml 0,01 M EDTA συμπλοκοποιούν	0,4 g Ca
	4,5	x ;

$$x = 0,0018 \text{ g}$$

Στα	10 ml περιέχονται	0,0018 g
	1000	x ;

$$x = 0,18 \text{ g Ca ή } 180 \text{ mg Ca}$$

56 μ.β. CaO περιέχουν	40 μ.β. Ca
x ;	180

$$x = 252 \text{ μ.β. (mg)}$$

Άρα	1 d° είναι	10 mg CaO/l H ₂ O
	x ;	252

$$x = 25,2 \text{ d}^\circ$$

Αν η σκληρότητα ζητείται να εκφρασθεί σε F° τότε έχουμε:

1 d° αντιστοιχεί σε	1,8 F°
25,2	x ;

$$x = 45,36 \text{ F}^\circ$$

Άσκηση 5η

18.6 Προσδιορισμός Zn²⁺ συμπλοκομετρικά.

18.6.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος προσδιορισμού βασίζεται στη συμπλοκομετρία. Ο προσδιορισμός εκτελείται σε αλκαλικό περιβάλλον pH $\cong$ 10.

18.6.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) Διάλυμα EDTA 0,01 M.
- 2) Eriochrom Black T (EBT) δείκτης.
- 3) Ρυθμιστικό διάλυμα (NH₄OH-NH₄Cl).
- 4) Ογκομετρική φιάλη 250 ml.
- 5) Σιφώνια των 2 ml και 25 ml.
- 6) Προχοΐδα 25 ml.

18.6.3 Τεχνική.

- 1) 25 ml διαλύματος Zn²⁺ αραιώνονται με αποσταγμένο νερό σε τελικό όγκο 100 ml.
- 2) Προσθέτουμε 2 ml ρυθμιστικού διαλύματος pH $\cong$ 10.
- 3) Ογκομετρούμε με EDTA 0,01 N, παρουσία δείκτη EBT μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα του διαλύματος από κόκκινο σε μπλε.
1 ml διαλύματος EDTA 0,01 N ισοδυναμεί με 0,00065 g Zn²⁺.

Παρατήρηση.

Για την παρασκευή του ρυθμιστικού διαλύματος χρησιμοποιούνται 142 ml NH₄OH και 17,5 g NH₄Cl και αυτά αραιώνονται στα 250 ml με αποσταγμένο νερό.

Άσκηση 6η

18.7 Προσδιορισμός Al³⁺ συμπλοκομετρικά.

18.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η μέθοδος προσδιορισμού βασίζεται στη συμπλοκομετρία. Ο προσδιορισμός εκτελείται σε ελαφρά αλκαλικό περιβάλλον pH $\cong$ 8.

18.7.2 Απαιτούμενα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|-------------------------------------|------------------------------------|
| 1) Διάλυμα EDTA 0,01 N. | 4) Διάλυμα ZnSO_4 0,01 N. |
| 2) Eriochrom Black T (EBT) δείκτης. | 5) Ογκομετρική φιάλη 250 ml. |
| 3) Διάλυμα NH_4OH . | 6) Προχοΐδα 25 ml. |

18.7.3 Τεχνική.

- 1) 25 ml διαλύματος φέρονται σε κωνική φιάλη και αραιώνουμε σε όγκο 100 ml. Στη συνέχεια προσθέτουμε με τη βοήθεια προχοΐδας περίσσεια διαλύματος EDTA 0,01 M (20 ml).
- 2) Ρυθμίζουμε το pH $\cong$ 8 με προσθήκη σταγόνων NH_4OH .
- 3) Θερμαίνουμε το διάλυμα για 2 min, κατόπιν ψύχομε και διορθώνεται η τιμή του pH στο 7–8.
- 4) Ογκομετρούμε παρουσία δείκτη EBT με ZnSO_4 0,01 N μέχρι να μεταβληθεί το χρώμα από μπλε σε κόκκινο.
- 5) Σημειώνουμε την κατανάλωση και υπολογίζουμε την επί τοις % περιεκτικότητα του διαλύματος σε Al^{3+} .
Κάθε ml της διαφοράς μεταξύ του διαλύματος EDTA και του ZnSO_4 ισοδυναμεί με 0,2698 mg Al^{3+} .

Ασκήσεις.

- 1) Διάλυμα περιέχει CaCl_2 και MgCl_2 . 25 ml του διαλύματος ογκομετρούνται σε pH 12 παρουσία δείκτη μουρεξειδίου ή calcon και η κατανάλωση είναι 10,3 ml EDTA 0,05 M. 25 ml του ίδιου διαλύματος ρυθμίζονται σε pH $\cong$ 10 και παρουσία δείκτη Buffer tabletten ή Erio–T, ογκομετρούνται με το ίδιο διάλυμα EDTA και η κατανάλωση είναι 22,4 ml. Υπολογίστε τη συγκέντρωση του CaCl_2 και MgCl_2 στο αρχικό διάλυμα (g/l).
- 2) Δείγμα νερού αναλύεται. Για τον προσδιορισμό της ολικής σκληρότητας και σε pH $\cong$ 10 παρουσία δείκτη Buffer tabletten, 10 ml του νερού απαιτήθηκαν για τη συμπλοκοποίηση, $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ 5,8 ml 0,01 N EDTA Σ.Δ. = 1,0215. Ποια είναι η ολική σκληρότητα σε $^\circ\text{F}$ και $^\circ\text{d}$ βαθμούς; Αν η σκληρότητα (παροδική) είναι 15,9 $^\circ\text{F}$, πόση είναι η μόνιμη σκληρότητα του νερού;
- 3) Αν υποθεθεί, ότι ένα δείγμα νερού περιέχει μόνο κατιόντα Ca^{2+} , ποια θα ήταν η περιεκτικότητα του νερού σε Ca και σε meq/l, αν η σκληρότητά του (ολική) είναι 15,5 $^\circ\text{d}$;

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΔΕΚΑΤΟ ΕΝΑΤΟ

ΦΥΣΙΚΟΧΗΜΙΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ

19.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Με τις φυσικοχημικές μεθόδους μετρούνται ορισμένες φυσικοχημικές ιδιότητες (σταθερές), των οποίων οι τιμές είναι ανάλογες με το είδος και τη συγκέντρωση της ουσίας ή του στοιχείου-ιόντος. Συνήθως οι υπολογισμοί γίνονται, αφού χρησιμοποιηθούν καμπύλες αναφοράς ή μαθηματικές σχέσεις (τύποι).

Σ' αυτό το κεφάλαιο δεν θα αναπτύξουμε με λεπτομέρειες το θεωρητικό μέρος και την τεχνική των προσδιορισμών αυτών, γιατί όλες οι φυσικές μέθοδοι περιγράφονται στην ύλη του βιβλίου «Ποιοτικός έλεγχος υλικών» (έκδοση Ιδρύματος Ευγενίδου). Θα περιορισθούμε λοιπόν στις γενικές αρχές κάθε μεθόδου που αποτελούν κατά κάποιον τρόπο εισαγωγή-πληροφόρηση για την εφαρμογή των φυσικοχημικών μετρήσεων στον ποιοτικό-ποσοτικό έλεγχο των υλικών.

Μπορούμε συνεπώς να ορίσουμε το σύνολο αυτών των μεθόδων, που στηρίζονται στη μέτρηση μιας φυσικής και φυσικοχημικής ιδιότητας μιας ουσίας, ως **Ενόργανη Ανάλυση**.

Η Ενόργανη Ανάλυση έχει αλλάξει την εικόνα των χημικών εργαστηρίων. Οι συσκευές και τα όργανα με τους διακόπτες και τις ρυθμίσεις έχουν παραχωρήσει πια τη θέση τους στους Ηλεκτρονικούς Υπολογιστές με κάθε είδους λογισμικό, προκειμένου να επιτευχθεί η επεξεργασία των αποτελεσμάτων κάθε χημικής αναλύσεως.

Οι ενόργανες μέθοδοι αναλύσεως έχουν ομαδοποιηθεί σε τρεις κυρίως κατηγορίες. Αυτές είναι:

- 1) **Οι ηλεκτροχημικές μέθοδοι:** Αυτές βασίζονται στη μέτρηση ενός μεγέθους όπως είναι η αντίσταση, το δυναμικό, η ένταση και η τάση του ρεύματος. Τέτοια μέθοδος είναι η αγωγιμομετρία, η πεχαμετρία κ.ά..
- 2) **Οι οπτικές μέθοδοι:** Η αρχή αυτών των μεθόδων βασίζεται στην εκπομπή ή στην απορρόφηση μιας ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας, όπως είναι η φασματομετρία ή φασματογραφία.
- 3) **Οι μέθοδοι διαχωρισμού,** οι οποίες αξιοποιούν διάφορες φυσικές και χημικές ιδιότητες μεταξύ των συστατικών του μείγματος, όπως είναι η χρωματογραφικές τεχνικές.

Πρέπει να τονιστεί ότι οι διάφορες μέθοδοι χημικής αναλύσεως δεν είναι ανταγωνιστικές, αλλά συμπληρωματικές μεταξύ τους. Η σύγκρισή τους και οι διαφορές τους δίνονται από τον πίνακα 19.1.1

ΠΙΝΑΚΑΣ 19.1.1

Σύγκριση κλασικών και ενοργάνων μεθόδων αναλύσεως.

ΚΛΑΣΙΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ	ΕΝΟΡΓΑΝΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ
1. Έχουν μεγάλη ακρίβεια.	Έχουν χαμηλότερη ακρίβεια.
2. Διοχετεύουν το κύριο υλικό [συστατικό του δείγματος (όχι σε ίχνη)].	Είναι χρήσιμες για ανάλυση ιχνών (ppm).
3. Έχουν μικρό κόστος.	Έχουν μεγάλο κόστος αγοράς, αναλύσεως και εκφράσεως.
4. Έχουν μεγάλο χρόνο αναλύσεως.	Έχουν μικρό χρόνο αναλύσεως (αυτοματοποίηση).

19.2 Πεχαμετρία (pH).

Ο αρνητικός δεκαδικός λογάριθμος της συγκεντρώσεως των ενεργών ιόντων του υδρογόνου ονομάζεται pH.

Η σχέση αποδίδεται: $\text{pH} = -\log (\text{H}^+)$.

Ο καθορισμός λοιπόν της τιμής του pH ενός διαλύματος (δηλ. όξινο–αλκαλικό–ουδέτερο) γίνεται με δείκτες, πεχαμετρικούς χάρτες και ακριβέστερα με ειδικό όργανο, το **πεχάμετρο**, η λειτουργία του οποίου βασίζεται σε δύο ηλεκτρόδια (υάλου και καλομέλανος) και σε κλίμακα περιοχής $\text{pH} = 0-14$.

Διαλύματα αυξημένης συγκεντρώσεως $[\text{H}^+]$, άρα μειωμένης $[\text{OH}^-]$ (επειδή $[\text{H}^+] \cdot [\text{OH}^-] = 10^{-14} = \text{σταθερό}$) έχουν τιμή pH όξινη (0–7).

Αντίθετα, διάλυμα με αυξημένη συγκέντρωση (OH^-) , άρα μειωμένη $[\text{H}^+]$ έχει τιμή αλκαλική $\text{pH} > 7$, (7–14).

Όταν ισχύει η σχέση $(\text{H}^+) = (\text{OH}^-)$ τότε το διάλυμα έχει ουδέτερη αντίδραση $\text{pH} = 7$. Η μέτρηση του pH είναι αποτέλεσμα της μετρήσεως της διαφοράς δυναμικού που δημιουργείται στα ηλεκτρόδια υάλου–καλομέλανος σε συνάρτηση με τη συγκέντρωση των H^+ .

19.3 Αγωγιμομετρία.

Η αγωγιμότητα είναι μέγεθος αντίστροφο της αντιστάσεως. Δίνεται από τη σχέση $\rho = 1/R$ και οφείλεται στην παρουσία των κινουμένων ιόντων του διαλύματος ή ενός φορτισμένου σωματίου γενικότερα. Μπορούμε λοιπόν να πούμε ότι η ευκολία με την οποία κινούνται τα ιόντα ή τα ηλεκτρόνια λέγεται αγωγιμότητα.

Η θερμοκρασία επηρεάζει κατά πολύ την τιμή της αγωγιμότητας, μιας και όταν αυξάνεται η θερμοκρασία, αυξάνεται και η ρ , επειδή αυξάνεται η ταχύτητα των κινουμένων ιόντων. Τα όργανα που χρησιμοποιούνται για τη μέτρηση της αγωγιμότητας λέγονται **αγωγιμόμετρα**. Μετρώντας την αγωγιμότητα ενός διαλύματος, μπορούμε να υπολογίσουμε τα συνολικά άλατα που περιέχονται σ' αυτό. Η τιμή της αγωγιμότητας εξαρτάται από το είδος και τη δομή του υλικού που εξετάζεται.

19.4 Ηλεκτρανάλυση.

Η ηλεκτρανάλυση αποτελεί εφαρμογή της ηλεκτρολύσεως στην ποσοτική ανάλυ-

ση. Αρχή της ηλεκτραναλύσεως είναι ο νόμος του Faraday.

Η συσκευή **ηλεκτραναλύσεως** συγκροτείται από δύο ηλεκτρόδια R (άνοδος–κάθοδος), θερμαινόμενη πλάκα και μαγνητικό αναδευτήρα.

Όταν κρατηθούν σωστά οι συνθήκες ηλεκτρολύσεως (διάλυμα–pH–θερμοκρασία–ανάδευση–χρόνος), τότε επάνω στην κάθοδο αποτίθεται σε μεταλλική μορφή το μεταλλοκατιόν.

Είναι μέθοδος ακριβείας και χρησιμοποιείται για την εύρεση της περιεκτικότητας των διαλυμάτων σε μεταλλοκατιόντα.

Το ηλεκτρικό ρεύμα που διέρχεται από τον ηλεκτρολύτη θα πρέπει να είναι συνεχές. Μεγάλη σημασία για τον ακριβή προσδιορισμό έχει και η χρησιμοποιούμενη τάση (volt) της οποίας η τιμή καθορίζεται για κάθε τεχνική.

19.5 Χρωματομετρία – Φασματομετρία.

Η μέθοδος αυτή αποτελεί ένα από τους σπουδαιότερους κλάδους της Αναλυτικής Χημείας. Χρησιμεύει για τον προσδιορισμό των συστατικών διαλυμάτων που ανευρίσκονται σε μικρή περιεκτικότητα (ίχνη).

Η αρχή του προσδιορισμού βασίζεται στη μέτρηση της σχετικής απορροφήσεως του φωτός, το οποίο διέρχεται διά μέσου του εξεταζόμενου διαλύματος, με σημείο αναφοράς γνωστή συγκέντρωση του στοιχείου που πρέπει να προσδιορίσουμε. Όταν ως πηγή φωτός χρησιμοποιείται το φυσικό φως, η μέθοδος λέγεται **χρωματομετρία**, όταν όμως χρησιμοποιηθεί φως ορισμένου μήκους κύματος, καλείται **φασματοφωτομετρία**.

Αντίστοιχα τα όργανα που χρησιμοποιούνται για τις δυο μεθόδους λέγονται **χρωματόμετρα** και **φασματοφωτόμετρα**.

Βασική προϋπόθεση της μεθόδου (της μιας ή της άλλης) είναι ότι τα προς προσδιορισμό μόρια ή ιόντα πρέπει να είναι έγχρωμα ή να μπορούν να δώσουν έγχρωμο προϊόν, όταν αντιδράσουν με κατάλληλο αντιδραστήριο.

Στη φασματοφωτομετρία για τον υπολογισμό της περιεκτικότητας του στοιχείου χρησιμοποιούνται σχετικές καμπύλες αναφοράς.

19.6 Φλογοφωτομετρία.

Η φλογοφωτομετρία αποτελεί σπουδαία τεχνική ποσοτικών προσδιορισμών των μεταλλικών στοιχείων. Είναι μέθοδος με μεγάλη ευαισθησία και ακρίβεια. Μ' αυτήν μετρούμε την ένταση της ακτινοβολίας της φλόγας, στην οποία το υπό εξέταση ιόν έχει διασπαρεί. Η συγκέντρωση προσδιορίζεται αναφορικά με γνωστή συγκέντρωση του εν λόγω ιόντος.

Τα όργανα που χρησιμοποιούνται λέγονται **φλογοφωτόμετρα** και αποτελούνται από γαλβανόμετρο και σύστημα καυστήρα.

Βασικό χαρακτηριστικό της μεθόδου είναι ότι κατά την εφαρμογή της απαιτείται αυστηρός έλεγχος της θερμοκρασίας της φλόγας. Με τη μέθοδο αυτή προσδιορίζονται συγκεντρώσεις της τάξεως των p.p.m. και μικρότερες.

19.7 Χρωματογραφία.

Με τη χρωματογραφία επιτυγχάνεται διαχωρισμός των συστατικών μείγματος

ανοργάνων ή οργανικών ενώσεων και στη συνέχεια γίνεται ανίχνευση και προσδιορισμός τους.

Η μέθοδος βασίζεται στις διαφορές της ταχύτητας μετατοπίσεως κάθε συστατικού, όταν το μείγμα σε μορφή διαλύματος ή αερίου μείγματος (**κινητή φάση**) διαβιβασθεί μέσα από τη μάζα κατάλληλου υλικού, στερεού ή υγρού (**στατική φάση-στήλη**).

Από τις μεθόδους χρωματογραφικής αναλύσεως οι πιο απλές είναι η **χρωματογραφία λεπτής στιβάδας** και η **αέρια χρωματογραφία**.

Η τεχνική της πρώτης μεθόδου απαιτεί ένα απορροφητικό μέσο (silica gel, Al_2O_3 , γη διατόμων κ.λ.π.), μια πλάκα γυάλινη και κατάλληλο διαλυτικό. Στη δεύτερη μέθοδο χρησιμοποιούνται οι τεχνικές:

- α) Της αναλύσεως με εκτόπιση και
- β) της αναλύσεως εκροής.

Και στις δύο τεχνικές απαιτείται στην έξοδο της στήλης κατάλληλος ανιχνευτής που παρέχει αντίστοιχες καμπύλες.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΙΚΟΣΤΟ

ΔΙΑΛΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΥΛΙΚΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

20.1 Γενικές πληροφορίες.

Η διαλυτοποίηση των στερεών ουσιών αποτελεί βασικό στάδιο για την ακριβή ποσοτική ανάλυση και την εύρεση της απόλυτης συστάσεως του εξεταζόμενου υλικού.

Κατά την πορεία της διαλυτοποίησης χρησιμοποιούνται ως διαλυτικά μέσα διάφορα αντιδραστήρια ανάλογα με την προέλευση και τη σύσταση του υλικού σώματος.

Για παράδειγμα αναφέρουμε τα μέταλλα, τα κράματα, τα ορυκτά, τα μεταλλεύματα ή τα βιομηχανικά προϊόντα, στα οποία, για την πλήρη διαλυτοποίησή τους, και κατά συνέπεια για την ακρίβεια των αποτελεσμάτων, απαιτείται η χρήση διαφορετικών διαλυτικών μέσων–αντιδραστηρίων.

Τα οξέα κυρίως είναι τα μέσα που κατ' εξοχήν χρησιμοποιούνται για τη διαλυτοποίηση των παραπάνω σωμάτων. Το νιτρικό οξύ HNO_3 αποτελεί το σπουδαιότερο διαλυτικό μέσο, γιατί έχει την ιδιότητα και ικανότητα να διαλύει τα περισσότερα μέταλλα (εξαιρείται ο Au και ο Pt).

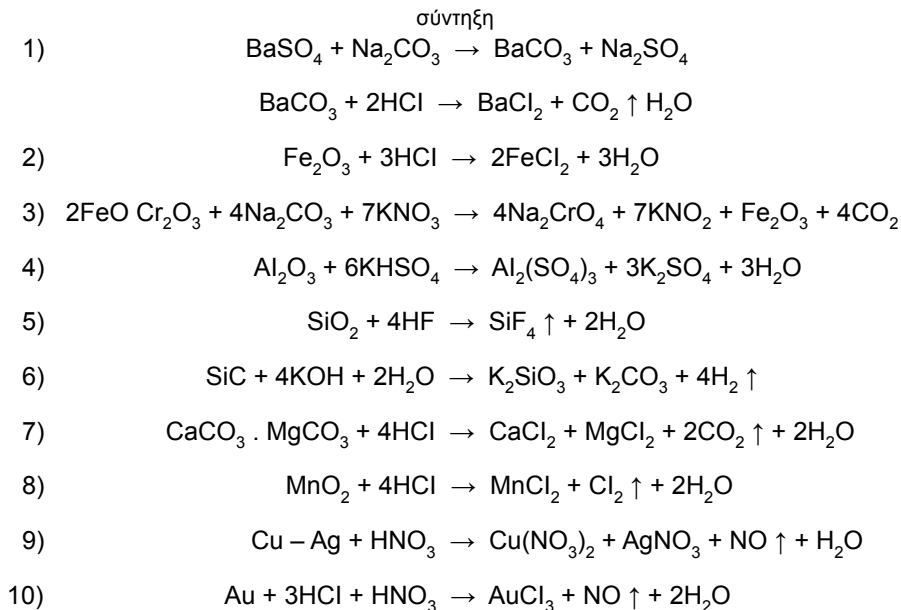
Αναφέρεται ακόμη ότι το αραιό HNO_3 είναι αποτελεσματικότερο (στη διαλυτοποίηση) από το πυκνό, γιατί μερικά μέταλλα είναι πρακτικά αδιάλυτα σε πυκνό HNO_3 . Π.χ. ο Fe, το Cr, το Al παρουσία πυκνού HNO_3 μεταπίπτουν σε παθητική κατάσταση.

Επίσης το υδροχλωρικό οξύ HCl διαλύει τα δραστικά μέταλλα Mg, Ca, Al αλλά δεν χρησιμοποιείται για τη διαλυτοποίηση των κραμάτων τους. Χρησιμοποιείται επίσης για τη διαλυτοποίηση των ασβεστολίθου, δολομίτη, τσιμέντου και άλλων σωμάτων.

Μείγμα HNO_3 και HCl (1:3), κατ' όγκο, που ονομάζεται **βασιλικό νερό**, βρίσκει τη μοναδική εφαρμογή διαλυτοποίησης κραμάτων ευγενών μετάλλων Au–Cu–Ag–Pt. Στην περίπτωση που ορισμένα υλικά ή ορυκτά δεν μπορούν να διαλυθούν με τα παραπάνω μέσα, τότε χρησιμοποιούμε τη μέθοδο της **συντήξεως** ή κατεργασίες με ειδικά οξέα π.χ. **HF**.

Έτσι το πυριτικό οξύ H_2SiO_3 που προέρχεται από μια διαλυτοποίηση πυριτικών ορυκτών, διαλυτοποιείται είτε με σύντηξη KNaCO_3 , είτε με κατεργασία σε απαγωγό σε χωνευτήριο Pt μετά HF. Επειδή λοιπόν η χρησιμοποίηση του διαλυτικού μέσου εξαρτάται από τη φύση του προς ανάλυση ορυκτού, θα αναφέρουμε τα σπουδαιότερα ορυκτά και τα μέσα διαλυτοποίησής τους:

- 1) **Ανθρακικά:** (ασβεστόλιθος, ασβεστίτης, δολομίτης κ.λ.π.). Διαλυτοποιούνται με HCl 1:1.
 - 2) **Θειικά:** (γύψος, βαρυτίνη κ.λ.π.).
 Η γύψος $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, διαλυτοποιείται σε νερό παρουσία μικρού όγκου HCl.
 Η βαρυτίνη BaSO_4 διαλυτοποιείται διά συντήξεως με Na_2CO_3 .
 - 3) **Θειούχα:** (σιδηροπυρίτης) διαλύεται συνήθως με HNO_3 ή HCl και HNO_3 3:1 κατ' όγκο.
 - 4) **Οξειδία:**
 - α) Βωξίτης: σύντηξη με πυροθειικό κάλι $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$.
 - β) Αιματίτης: κατεργασία με πυκνό HG.
 - γ) Χρωμίτης: σύντηξη με Na_2CO_3 και KNO_3 .
 - δ) Αλουμίνα: σύντηξη με KHSO_4 ή $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$.
 - 5) **Αλογονούχες ενώσεις:** Π.χ. ο AgCl διαλυτοποιείται παρουσία αραιού H_2SO_4 και πλάκας Zn προς μεταλλικό άργυρο.
 - 6) Τα **φωσφορικά ορυκτά** (φωσφορίτης): Διαλυτοποιείται με κατεργασία HNO_3 .
 - 7) Τα **πυριτικά ορυκτά**. Είναι γνωστό ότι υδατοδιάλυτα είναι τα πυριτικά άλατα των αλκαλίων (Na και K). Στα εφυδατωμένα οξείδια του Si που δεν προσβάλλονται από οξέα, επιτυγχάνεται η διαλυτοποίησή τους με σύντηξη ανθρακικού καλσιονατρίου ή υδροφθορικού οξέος.
- Οι κυριότερες χημικές αντιδράσεις που πραγματοποιούνται σε διάφορες διαλυτοποιήσεις (με οξέα ή σύντηξη) διαφόρων υλικών είναι:



20.2 Στάδια προετοιμασίας των υλικών για την ανάλυση (δειγματοληψία–τετραμερισμός, λειοτρίβηση, ξήρανση).

20.2.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η προπαρασκευή ενός δείγματος για την ανάλυση, είναι εργασία λεπτομερής και λεπτή, ώστε το λαμβανόμενο δείγμα κατά τη δειγματοληψία του υλικού να είναι πλήρως αντιπροσωπευτικό της συνολικής ποσότητας.

Τα στάδια της δειγματοληψίας είναι τρία.

1) Λήψη του ολικού δείγματος, π.χ. ορυκτού.

2) Ελάττωση του ολικού σε μικρότερο μέγεθος, κατάλληλο για τη μεταφορά στο εργαστήριο.

3) Προετοιμασία του δείγματος για την ανάλυση.

Ανάλογα με την υφή, το μέγεθος και την κατάσταση του υλικού, χρησιμοποιούνται διάφοροι τρόποι δειγματοληψίας. Οι πιο συνηθισμένοι και εφαρμόσιμοι είναι:

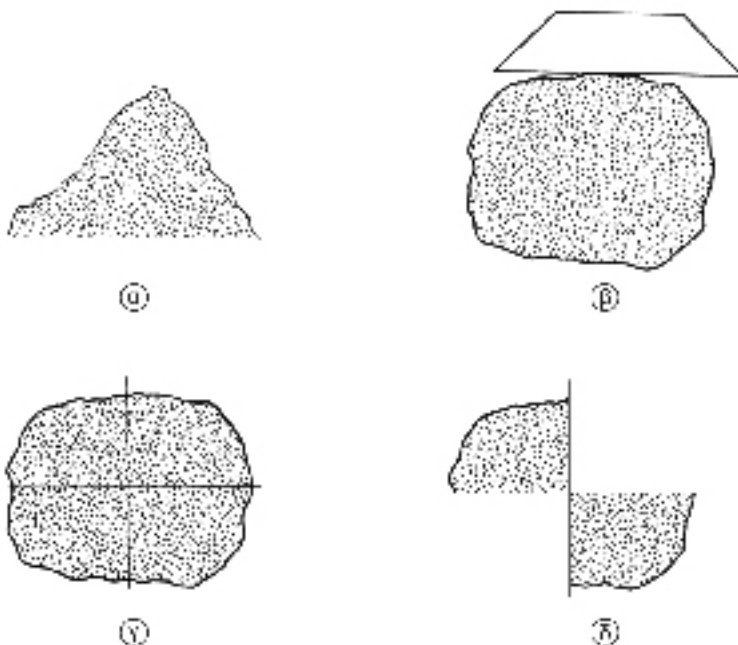
1) Με ειδικούς δειγματολήπτες διαφόρων σχημάτων και διαστάσεων.

2) Με τη μέθοδο του τρυπανισμού.

3) Με τη μέθοδο του πριονισμού.

4) Με τη μέθοδο της κοπής.

Τα ρινίσματα, торνεύματα, μικρά τεμαχίδια ή λεπτή σκόνη του δείγματος λαμβάνονται από διάφορα σημεία (βάθος–επιφάνεια), ώστε να είναι όσο το δυνατόν αντιπροσωπευτικότερα για όλη τη μάζα του υλικού. Για να καταλήξουμε στο βάρος του δείγματος που απαιτείται για τη χημική ανάλυσή του, εφαρμόζουμε τρόπο ελαττώσεως του δείγματος με σχηματισμό κωνικού σωρού και τεταρτοποίησής (τετραμερισμού) (σχ. 20.2).



Σχ. 20.2.

Στάδια δειγματοληψίας υλικού (τετραμερισμός).

Ο **τετραμερισμός** έχει την εξής τεχνική:

- 1) Το υλικό λειοτριβείται σε λεπτή σκόνη και συσσωρεύεται σε κώνο (α).
- 2) Ισοπεδώνεται ο κώνος σε επίπεδη επιφάνεια με τη βοήθεια σπαθίδας (β).
- 3) Διαιρείται η επίπεδη επιφάνεια του υλικού σε 4 ίσα μέρη με χάραξη γραμμών (σταυρόνημα) που διέρχονται από το κέντρο της σκόνης (γ).
- 4) Αποχωρίζουμε τα δύο τεταρτημόρια (δ) και τα υπόλοιπα 2 μέρη λειοτριβούνται σε λεπτότερη σκόνη. Τα στάδια 2, 3 και 4 επαναλαμβάνονται μέχρις ότου απομείνει βάρος 50–100 g.

Ο βαθμός λειοτριβήσεως εξαρτάται από τη φύση του υλικού. Για την εργασία αυτή χρησιμοποιούνται σπαστήρες και ίγδια ηλεκτρικά, μύλοι, ίγδια αχάτη και πορσελάνης καθώς και κόσκινα 5–300 Mash. Στην προπαρασκευή του δείγματος συμπεριλαμβάνεται και η ξήρανση του υλικού, ώστε να είναι απαλλαγμένο υγρασίας, το ποσοστό της οποίας συντελεί σε λανθασμένες εκτιμήσεις αποτελεσμάτων των συστατικών του εξεταζόμενου υλικού.

Η ξήρανση γίνεται στο πυριατήριο στους 110°C ή σε ρεύμα φυσικού αέρα (αεροξήρανση).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ ΕΙΚΟΣΤΟ ΠΡΩΤΟ

ΓΕΝΙΚΗ ΧΗΜΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΥΛΙΚΩΝ

21.1 Ανάλυση ασβεστολίθου.

21.1.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση της συστάσεως του ορυκτού.

21.1.2 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Το έδαφος της χώρας μας έχει κυρίως ασβεστολιθική σύσταση. Τα σπουδαιότερα ανθρακικά ορυκτά του ασβεστίου είναι: ο ασβεστίτης, ο αραγωνίτης, το μάρμαρο, ο ασβεστόλιθος, η κιμωλία. Όλες οι παραπάνω ενώσεις ανήκουν στο γενικό τύπο CaCO_3 , ενώ υπάρχει και ο δολομίτης με χημικό τύπο $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$.

Άλλα διαδεδομένα ορυκτά του ασβεστίου είναι:

- 1) Η γύψος ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- 2) Ο φωσφορίτης [$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$] και
- 3) ο αργυροδάμας (CaF_2).

Οι κυριότεροι χημικοί προσδιορισμοί που γίνονται σε μια ανάλυση των ασβεστολιθικών ορυκτών είναι:

η υγρασία, το CO_2 , SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO και MgO .

21.1.3 Διαλυτοποίηση ορυκτού.

Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- 1) HCl σε αναλογία 1:1.
- 2) Θερμαινόμενη ηλεκτρική πλάκα.
- 3) Ποτήρι ζέσεως των 250 ml.
- 4) Γυαλί ωρολογίου—ράβδος γυάλινη.
- 5) Ογκομετρική φιάλη 250 ml.
- 6) Χωνί διηθήσεως.
- 7) Ηθμός μαλακός.

21.1.4 Τεχνική.

- 1) Αντιπροσωπευτική ποσότητα δείγματος του ορυκτού που έχει ξηρανθεί, 0,5–1 g, φέρεται στο ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Διαβρέχεται με αποσταγμένο νερό (σταγόνες).

- 2) Στο ποτήρι προστίθεται με προσοχή και στάγδην 15–20 ml αραιού HCl σε αναλογία 1:1. Αναδεύουμε με τη βοήθεια της ράβδου και το θερμαίνουμε ήπια στη θερμαινόμενη πλάκα ή σε λύχνο.
- 3) Η θέρμανση για την περίπτωση αυτή πρέπει να συνεχισθεί σε ατμόλουτρο μέχρι ξηρού.
- 4) Προσθέτουμε περίπου 1 ml HCl πυκνό, ώστε να διαβραχεί όλη η στερεά μάζα και ανατμίζουμε το ατμόλουτρο μέχρι ξηρού.
Αυτό το επαναλαμβάνουμε άλλες δυο φορές.
Το παραμένον αδιάλυτο υπόλειμμα παραλαμβάνεται με θερμό νερό και μεταφέρεται σε ηθμό (μαλακό).
- 5) Αφού διηθηθεί όλος ο όγκος και γίνουν οι εκπλύσεις, το διήθημα (διαλυτό μέρος) φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml, ενώ στον ηθμό μένουν τα αδιάλυτα.

Παρατήρηση.

Η δειγματοληψία για την παραλαβή αντιπροσωπευτικού δείγματος ακολουθεί τη μέθοδο του τετραμερισμού.

Κατά τη διαδικασία διαλυτοποίησης του CaCO_3 , εκλύεται CO_2 , το οποίο μπορεί να δημιουργήσει απώλειες των συστατικών λόγω εκτινάξεων. Γι' αυτό σκεπάζουμε το ποτήρι με γυαλί ωρολογίου.

21.2 Προσδιορισμός CaCO_3 (συνολικού).

21.2.1 Σκοπός.

Η εξακρίβωση της περιεκτικότητας του ορυκτού σε CaCO_3 , δηλαδή η καθαρότητά του.

21.2.2 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

Τα αντιδραστήρια και όργανα που χρησιμοποιούμε είναι αυτά που αναφέρονται στην παράγραφο 18.3.2.

21.2.3 Τεχνική.

- 1) Ακολουθείται η ίδια τεχνική που ακολουθείται για τον προσδιορισμό του Ca^{2+} (σελ. 169).
- 2) Οποσδήποτε θα πρέπει να ρυθμίσουμε το $\text{pH} \cong 12$, με προσθήκη πυκνού αμμωνιακού διαλύματος για την εξουδετέρωση του οξέος (μέσω διαλυτοποίησης).
- 3) Έστω ότι η ογκομέτρηση έδειξε ότι για 5 ml διηθήματος της προηγούμενης ασκήσεως χρειάστηκαν 15,8 ml 0,01 N EDTA για την πλήρη συμπλοκοποίηση του Ca.

21.2.4 Υπολογισμοί.

$$0,5 \text{ g ορυκτού} \rightarrow 250 \text{ ml} \rightarrow 5 \text{ ml}$$

$$15,8 \times 0,0002 = 0,00316 \text{ g Ca}$$

Τα	5 ml περιέχουν	0,00316 g Ca
	250	x ; = 0,158 g
Στα	0,5 g ορυκτού περιέχονται	0,158 g Ca
	100	x;
x = 31,6 g Ca		
Στα	100 g CaCO ₃ περιέχονται	40 g Ca
	x;	31,6
x = 79% σε CaCO ₃		

21.2.5 Πληροφορίες.

- 1) Η ανάλυση του ασβεστολίθου αποβλέπει κυρίως στον υπολογισμό της καθαρότητας του ορυκτού σε CaCO₃.
- 2) Ακολούθως μπορεί να προσδιορισθεί η περιεκτικότητα σε MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃ και SiO₂.

21.3 Απώλεια πυρώσεως.

Ο προσδιορισμός αυτός έχει ως σκοπό την εύρεση της απώλειας του ορυκτού, όταν υποστεί πύρωση στους 1000°C.

Η απώλεια αυτή (ελάττωση βάρους) οφείλεται στο εκλυόμενο CO₂ και το ενεχόμενο κρυσταλλικό νερό, εφόσον βέβαια το ορυκτό δεν περιέχει οργανικές ουσίες.

21.3.1 Τεχνική.

- 1) Σε χωνευτήριο πορσελάνης φέρεται 1 g προξηραμένης σκόνης ορυκτού.
- 2) Πυρώνεται στους 1000°C προοδευτικά επί 1 h.
- 3) Μεταφέρομε το χωνευτήριο στον ξηραντήρα και
- 4) ζυγίζομε.

Η διαφορά του βάρους, η οποία υπολογίζεται επί τοις % παρέχει τη συνολική απώλεια βάρους διά πυρώσεως.

21.4 Ανάλυση πυριτικών ορυκτών.

21.4.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Τα κυριότερα πυριτικά πετρώματα, είναι ο χαλαζίας, ο γρανίτης, η άργιλος, ο σχιστόλιθος και ο μαρμαρυγίας.

Οι βασικές προσμείξεις των πυριτικών υλικών είναι ενώσεις του αργιλίου, σιδήρου, ασβεστίου, μαγνησίου, αλκαλίων και θειικών ανιόντων.

Η διαλυτοποίηση των πυριτικών ορυκτών βασίζεται:

- 1) Στη μετατροπή του SiO_2 σε ευδιάλυτη ένωση μετά από σύντηξη παρουσία KNaCO_3 (α' τρόπος).
- 2) Στη μετατροπή του SiO_2 σε πτητικό SiF_4 κατόπιν επεξεργασίας του ορυκτού με HF (β' τρόπος).

21.4.2 Προσδιορισμός SiO_2 σε πυριτικό αργίλιο ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$).

Μέθοδος HF

21.4.3 Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα.

- | | |
|---------------------------------------|------------------------------|
| 1) Χωνευτήριο πλατίνας (λευκόχρυσου). | 4) H_2SO_4 . |
| 2) Διηθητική συστοιχία. | 5) Θερμαινόμενη πλάκα. |
| 3) HF . | |

21.4.4 Τεχνική.

- 1) 0,5 g ορυκτού που έχει λειοτριβηθεί φέρονται στο χωνευτήριο R και προσθέτουμε 10 ml HF και 4 ml πυκνού H_2SO_4 .
- 2) Το χωνευτήριο θερμαίνεται σε απαγωγό μέχρι ξηρού.
- 3) Έτσι τα πυριτικά έχουν απομακρυνθεί λόγω σχηματισμού του SiF_4 (πτητικό), ενώ τα υπόλοιπα μέταλλα έχουν παραμείνει σαν θειικά άλατα (στέρεο υπόλειμμα).
- 4) Το υπόλειμμα παραλαμβάνεται με αραιό HCl 1:1, οπότε εξετάζονται οι περιεκτικότητες των στοιχείων (προσμίξεων) του ορυκτού.
- 5) Ενώ η διαφορά του βάρους, από το χωνευτήριο + ορυκτό πριν την επίδραση μείον το βάρος του χωνευτηρίου μετά του στερεού υπολείμματος, αποτελεί το ποσοστό απώλειας που οφείλεται στην παρουσία SiO_2 που έχει μετατραπεί σε SiF_4 .

Παρατηρήσεις.

- 1) Η διαδικασία αυτή απομακρύνσεως του Si ονομάζεται **απέλαση**.
- 2) Η διαλυτοποίηση μπορεί να γίνει με KNaCO_3 , οπότε στον ηθμό συγκρατείται το H_2SiO_3 , το οποίο πυρούμενο μας παρέχει το βάρος του SiO_2 .
- 3) Τα κατιόντα που προσδιορίζονται στο διήθημα του πυριτικού οξέος είναι κυρίως το Al^{3+} , Fe^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} κ.λ.π..
- 4) Η ανάλυση του πυριτικού ορυκτού ολοκληρώνεται αφού εκφρασθούν τα αποτελέσματα όλων των στοιχείων υπό μορφή οξειδίων (σύσταση) επί τοις % του υλικού.

21.5 Ανάλυση σιδηρομεταλλεύματος.

21.5.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Η ανάλυση αποβλέπει στον καθορισμό της ποσότητας του σιδήρου που περιέχεται επί τοις % στο μέταλλευμα. Το αποτέλεσμα αυτό καθορίζει, αν το ορυκτό είναι εκμεταλλεύσιμο βιομηχανικά.

Τα σπουδαιότερα ορυκτά του σιδήρου είναι:

Ο αιματίτης (Fe_2O_3), ο μαγνητίτης (Fe_3O_4), ο λειμωνίτης ($2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), ο σιδηροπυρίτης (FeS_2) και ο σιδηρίτης (FeCO_3).

21.5.2 Προσδιορισμός σιδήρου.

Σκοπός του προσδιορισμού είναι ο καθορισμός της περιεκτικότητας του σιδηρομεταλλεύματος σε σίδηρο.

21.5.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

Χρησιμοποιούνται τα αντιδραστήρια και όργανα της ασκήσεως προσδιορισμού σιδήρου κατά Zimmermann (παράγρ. 16.5).

21.5.4 Τεχνική.

- 1) 0,5 g δείγματος αντιπροσωπευτικού σε σκόνη φέρονται σε ποτήρια ζέσεως.
- 2) Διαλυτοποιείται η σκόνη με προσθήκη HCl 1:1 (15–20 ml) εν θερμώ και σε απαγωγό μέχρις ότου το στέρεο υπόλειμμα καταστεί λευκό.
- 3) Τα επόμενα στάδια είναι τα ίδια με την τεχνική του προσδιορισμού σιδήρου κατά Zimmermann (παράγρ. 16.5).
- 4) Οι υπολογισμοί ακολουθούν τη διαδικασία των υπολογισμών των οξειδοαναγωγικών μεθόδων, με τη διαφορά ότι το αποτέλεσμα εδώ εκφράζεται επί τοις % του σιδηρομείγματος σε σίδηρο.

21.6 Ανάλυση ορυκτών μαγγανίου.

21.6.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Τα πιο ενδιαφέροντα ορυκτά του μαγγανίου είναι ο πυρολουσίτης (MnO_2), ο αουσμανίτης (Mn_3O_4), ο θραουνίτης (Mn_2O_3), ο μαγγανίτης ($\text{Mn}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) και ο ροδοχρωσίτης (MnCO_3).

Στα μεταλλεύματα του Mn, για να διαπιστωθεί αν είναι εκμεταλλεύσιμα προσδιορίζεται η περιεκτικότητά τους σε Mn.

21.6.2 Προσδιορισμός Mn.

Ο προσδιορισμός βασίζεται στη μετατροπή του μεταλλεύματος σε ευδιάλυτη ένωση Mn^{2+} και την οξειδωσή του με KMnO_4 .

21.6.3 Απαραίτητα όργανα και αντιδραστήρια.

- | | |
|------------------------------|----------------------|
| 1) HCl πυκνό. | 4) ZnO χ.κ. |
| 2) Κάψα πορσελάνης. | 5) KMnO_4 . |
| 3) Ογκομετρική φιάλη 250 ml. | |

21.6.4 Τεχνική.

- 1) Σε κάψα πορσελάνης φέρεται 1 g λεπτής σκόνης του ορυκτού.
- 2) Προσθέτομε 20 ml π. HCl και θερμαίνουμε σε ατμόλουτρο.
- 3) Αν το μέταλλευμα είναι MnO_2 το διάλυμα γίνεται μαύρο και εκλύεται Cl_2 .
- 4) Ακολούθως, μετά τη διαλυτοποίηση του ορυκτού (το διάλυμα καθιστάται άσπρο ή ανοιχτόχρωμο), προσθέτομε 5 ml HNO_3 για την πλήρη οξείδωση του σιδήρου.

- 5) Εξατμίζουμε σε ατμόλουτρο μέχρι ξηρού και το υπόλειμμα παραλαμβάνεται με 5 ml π. HCl και 50 ml θερμού νερού.
- 6) Διηθούμε από ηθμό μαλακό και το διήθημα συλλέγεται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ml.
- 7) Συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή με νερό, αναδεύουμε και παίρνουμε 50 ml με σιφώνιο σε σφαιρική φιάλη των 500 ml.
- 8) Προσθέτουμε 10 g ZnO και 200 ml νερού θερμού.
- 9) Ανακινούμε δυνατά τη φιάλη, οπότε ο Fe και η περίσσεια του ZnO καθιζάνουν.
- 10) Στο θερμό αυτό διάλυμα προσθέτουμε 0,5 g ZnSO_4 και με προχοΐδα γίνεται προσθήκη σταγόνων KMnO_4 , έως ότου το υγρό καταστεί ρόδινο.
- 11) Παράλληλα γίνεται και η δοκιμασία του τυφλού δείγματος και τα καταναλωθέντα ml αφαιρούνται από τη μέτρηση του δείγματος.
- 12) 1 ml KMnO_4 οξειδώνει 0,001647 g Mn.
- 13) Το αποτέλεσμα εκφράζεται σε Mn % του ορυκτού.

21.6.5 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Κατά την προσθήκη του ZnO, εξουδετερώνεται η οξύτητα και ο Fe^{3+} καθιζάνει σαν $\text{Fe}(\text{OH})_3$.
- 2) Η οξείδωση του Mn^{2+} σχηματίζει μαγγανιώδη ψευδάργυρο (σε ελαφρά αλκαλικό περιβάλλον) του τύπου ZnMnO_3 .
- 3) Η όλη διαδικασία της διαλυτοποίησης γίνεται στον απαγωγό.
- 4) Ο προσδιορισμός μπορεί να γίνει και ιωδιομετρικά.

21.7 Ανάλυση βρούνζου (μπρούντζου).

21.7.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Μπρούντζος κοινός ή κρατέρωμα είναι κράματα αποτελούμενα κυρίως από Cu και Sn και καμιά φορά και από Zn.

Μπρούντζος ειδικός είναι κράμα Cu–Sn με μικρές ποσότητες από τα στοιχεία P, Pb, Fe, As, Ni κ.λ.π..

Η διαλυτοποίηση του μπρούντζου, καθώς και του ορείχαλκου (Cu–Zn) γίνεται με κατεργασία ρινισμάτων του και HNO_3 1:1.

21.8 Προσδιορισμός Sn.

21.8.1 Απαραίτητα αντιδραστήρια.

- 1) Πρόσφατο διηθημένο διάλυμα $\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{S} + \text{S}$ (κίτρινο θειούχο αμμώνιο).
παρασκευή: 150 ml NH_4OH (πυκνής) κορέννεται με H_2S και προστίθενται άλλα 50 ml NH_4OH και 3 g ανθέων S.
- 2) Αραιό διάλυμα πλύσεως κίτρινου θειούχου αμμωνίου (20 ml του διαλύματος + 400 ml αποσταγμένο νερό).
- 3) Διάλυμα πλύσεως όξινου αμμωνίου (10 g/300 ml νερού + οξίνισή του με οξικό οξύ).

21.8.2 Τεχνική.

- 1) 1 g κράματος διαλυτοποιείται προσεκτικά σε κάψα πορσελάνης (απαγωγός) με 10–20 ml HNO_3 1:1 (εν θερμώ).
- 2) Το διάλυμα εξατμίζεται μέχρι ξηρού και το υπόλειμμα ξηραίνεται.
- 3) Ψύχεται το υπόλειμμα και προσθέτουμε 2 ml π. HNO_3 .
- 4) Θερμαίνουμε ήπια, προσθέτουμε 50 ml νερού και το διάλυμα θερμαίνεται μέχρι βρασμού.
- 5) Αφήνεται κατόπιν σε ηρεμία επί 1 h.
- 6) Διηθούμε από ηθμό κυανής ταινίας και εκπλύνουμε με θερμό νερό.
- 7) Ο ηθμός που περιέχει το μετακασσιτερικό οξύ φέρεται σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml και καλύπτεται με 50 ml κίτρινου θειούχου αμμωνίου $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.
- 8) Θερμαίνουμε το ποτήρι με το περιεχόμενο επί 15 min για διάλυση του H_2SnO_3 .
- 9) Διηθούμε και εκπλύνουμε με το διάλυμα εκπλύσεως 2 mg.
- 10) Το ίζημα διαλύεται με HNO_3 και το διάλυμα που προκύπτει εξατμίζεται μέχρι ξηρού.
- 11) Παραλαμβάνεται με αραιό HNO_3 και ο όγκος προστίθεται στο διήθημα της πρώτης διηθήσεως της ακολουθούμενης τεχνικής.
- 12) Το διήθημα περιέχει το διαλυτό θειοκασσιτερικό άλας. Οξινίζουμε με CH_3COOH 50%, θερμαίνουμε και αφήνουμε σε ηρεμία προς απόθεση.
- 13) Διηθούμε και εκπλύνουμε με το διάλυμα πλύσεως του οξικού αμμωνίου.
- 14) Το ίζημα ξηραίνεται σε χωνευτήριο πορσελάνης και ακολούθως πυρώνεται σε λύχνο μέχρι σταθερού βάρους.

21.8.3 Υπολογισμοί.

Έστω το βάρος του SnO_2 είναι 0,356 g.

τότε: $\text{Sn SnO}_2 \times 0,7877 = 0,356 \times 0,7877 = 0,280$

Άρα στο 1 g κράματος περιέχονται	0,28 g Sn
100	x;

$$x = 28\% \text{ σε Sn}$$

21.8.4 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Ο προσδιορισμός αυτός χρησιμοποιείται για τους κοινούς μπρούντζους (φωσφορούχους).
- 2) Η θέρμανση του χωνευτηρίου γίνεται προσεκτικά, ώστε το ίζημα να απαλλαγεί από το S.

21.9 Προσδιορισμός Cu.

21.9.1 Εισαγωγικές πληροφορίες.

Ο Cu αποτελεί το κυρίως συστατικό των κραμάτων του μπρούντζου και του ορείχαλκου και ο προσδιορισμός του βασίζεται στην τεχνική της ηλεκτραναλύσεως.

Η προετοιμασία για τον ηλεκτρολυτικό προσδιορισμό του απαιτεί διαλυτοποίηση 1 g ρινισμάτων κράματος με HNO_3 1:1. Μετά την πλήρη διάλυση προστίθεται H_2SO_4 1:1 και το διάλυμα εξατμίζεται μέχρι εκλύσεως λευκών ατμών SO_3 . Αυτό μετά αραιώνεται με αποσταγμένο νερό και διηθείται.

Στο λαμβανόμενο διήθημα προσδιορίζεται ο Cu.

21.9.2 Τεχνική.

- 1) Στο διήθημα προστίθεται NH_4OH για την εξουδετέρωσή του.
- 2) Προσθέτομε 2–3 ml πυκνού HNO_3 .
- 3) Η ηλεκτρόλυση γίνεται αφού εμβαπτισθούν τα από λευκόχρυσο–ιρίδιο ηλεκτρόδια σε τάση 3,5 volt υπό ανάδευση (μαγνήτης) και σε θερμοκρασία 60°C .
- 4) Έτσι μετά πάροδο 30 min προσθέτομε 0,2 g ουρίας και συνεχίζομε την ηλεκτρόλυση.
- 5) Αφού μετά 15 min δεν αποτεθεί στην κάθοδο νέα επιφάνεια χαλκού, διακόπτομε την ηλεκτρόλυση, αποσύρομε τα ηλεκτρόδια, εκπλύνομε την κάθοδο με οινόπνευμα, ξηραίνομε στο πυριατήριο στους 110°C και ζυγίζομε το βάρος της καθόδου μετά τον εναποτεθέντα Cn.

Η διαφορά του βάρους της καθόδου από το μεικτό βάρος είναι η ποσότητα του Cu που περιείχε το κράμα.

Το αποτέλεσμα εκφράζεται επί τοις % του κράματος.

21.9.3 Τεχνικές πληροφορίες.

- 1) Ο Cu μπορεί να προσδιορισθεί και ιωδιομετρικά με τη μέθοδο του $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
- 2) Παράδειγμα της τεχνικής ηλεκτραναλύσεως (τεχνική και προσδιορισμός Cu) αναφέρεται στο βιβλίο «Ποιοτικός έλεγχος υλικών» (έκδοση Ιδρύματος Ευγενίδου).

ΓΕΝΙΚΕΣ ΑΣΚΗΣΕΙΣ – ΤΕΣΤ

ΟΜΑΔΑ 1η

Ερωτήσεις (test) πολλαπλής εκλογής.

Στις παρακάτω ερωτήσεις διαλέξτε μία και μόνο μία σωστή απάντηση.

Παράδειγμα 1.

Ένα μέταλλο που αντιδρά με ψυχρό νερό προς σχηματισμό H_2 και βάσεως είναι:

- α) Zn. β) Fe. γ) Al. δ) Na. ε) Cu.

Η ορθή απάντηση είναι δ: δηλαδή το Na.

Παράδειγμα 2.

Το βάρος του υδροχλωρίου (HCl) που περιέχεται σε 2 λίτρα 6 M διαλύματος είναι:

- α) 2,0 g. β) 6,0 g. γ) 12,0 γ. δ) 36,5 g. ε) κανένα από τα προηγούμενα.

Η ορθή απάντηση είναι η ε: δηλαδή κανένα από τα προηγούμενα.

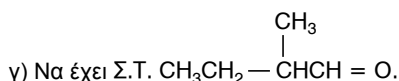
Ασκήσεις.

- 1) Ο αριθμός οξειδώσεως του S στο $K_2S_2O_3$ είναι:
α) 2. β) 1. γ) 3. δ) -1. ε) -2.
- 2) Ο τύπος του άλατος που σχηματίζεται κατά την αντίδραση Fe με αραιό H_2SO_4 είναι:
α) $FeSO_4$. β) FeS . γ) $FeSO_3$. δ) $Fe_2(SO_4)_3$. ε) $Fe_2(SO_3)_3$.
- 3) Ένα άχρωμο αέριο που καίγεται με μπλε φλόγα και ανάγει θερμό οξείδιο του χαλκού μπορεί να είναι:
α) O_2 . β) N_2O_5 . γ) CO. δ) SO_2 . ε) NO_2 .
- 4) Ένα μέταλλο που δεν αντιδρά με τα οξέα προς σχηματισμό H_2 και άλατος είναι:
α) Zn. β) Al. γ) Fe. δ) K. ε) Cu.
- 5) Το MB του $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ είναι:
α) 87. β) 176. γ) 274. δ) 322. ε) Κανένα από τα προηγούμενα.
- 6) Παράδειγμα καθαρής ουσίας είναι:
α) Το νερό του ποταμού. β) Το γάλα. γ) Το $KClO_3$. δ) Κανένα από τα προηγούμενα. ε) Όλα τα προηγούμενα.
- 7) Το O_2 παρασκευάζεται βιομηχανικά από:
α) HgO . β) BaO_2 . γ) Υγρό αέρα. δ) Na_2O_2 . ε) $KClO_3$.
- 8) Γενικά τα μέταλλα:
α) Έχουν χαμηλά σ.ζ. β) Έχουν αρνητικούς αριθμούς οξειδώσεως. γ) Εκτοπίζουν όλα το υδρογόνο από αραιά διαλύματα οξέων. δ) Είναι μονωτικά υλικά. ε) Εκχωρούν e^- εύκολα.
- 9) Η ζάχαρη αποσυντίθεται από H_2SO_4 επειδή αυτό είναι:
α) Οξειδωτικό οξύ. β) Αφυδατικό μέσο. γ) Πυκνό υγρό. δ) Ισχυρό οξύ. ε) Μη πτητικό υγρό.
- 10) Ποιας ενώσεως το υδατικό διάλυμα είναι οξύ;
α) SO_2 . β) CH_4 . γ) NH_3 . δ) CaO. ε) Na_2O_2 .
- 11) Ένα οξειδωτικό μέσο:
α) Περιέχει πάντοτε οξυγόνο. β) Ανάγεται πάντοτε σε μια οξειδοαναγωγική αντίδραση. γ) Αποβάλλει πάντοτε e^- . δ) Είναι καταλύτης. ε) Είναι πάντοτε μέταλλο.
- 12) Σε ποια από τις παρακάτω ενώσεις ο αριθμός οξειδώσεως του S είναι +4;
α) H_2S . β) SO_2 . γ) $Na_2S_2O_3$. δ) H_2SO_4 . ε) CS_2 .
- 13) Οξύ κατά Lewis είναι:

- α) Ένα σώμα που παρέχει πάντοτε πρωτόνιο. β) Ένα σώμα που προσλαμβάνει και μοιράζεται ζεύγος ηλεκτρονίων. γ) Ένα σώμα που παρέχει ζεύγος ηλεκτρονίων. δ) Μια ουσία που παρέχει υδατικά H^+ . ε) Μια ένωση υδρογόνου και αμετάλλου.
- 14) Ένα ίζημα παρατηρείται (σχηματίζεται) από αραιό διάλυμα που περιέχει:
α) Na^+ , Cl^- , NO_3^- , K^+ . β) NH_4^+ , NO_3^- , Br^- , Mg^{2+} . γ) Ca^{2+} , Cl^- , NO_3^- , Ba^{2+} . δ) Cl^- , Na^+ , Ag^+ , NO_3^- . ε) Na^+ , SO_4^{2-} , H^+ , Cl^- .
- 15) Το χλωριούχο νάτριο ταξινομείται ως:
α) Στοιχείο. β) Ένωση. γ) Οξύ. δ) Βάση. ε) Μείγμα.
- 16) Ποιο στοιχείο από τα επόμενα, ανήκει στην ίδια ομάδα με το Br_2 και είναι ηλεκτραρνητικότερο από αυτό;
α) Το J_2 . β) Το Na . γ) Το O_2 . δ) Το Cl_2 . ε) Ο C .
- 17) Ποιο από τα επόμενα σώματα προκαλεί τη μεγαλύτερη πτώση σ.π. όταν διαλυθεί 1 mol σε 1000 g νερού;
α) $C_{12}H_{22}O_{11}$. β) $C_6H_{12}O_6$. γ) $CaCl_2$. δ) $NaCl$. ε) CH_3OH .
- 18) Ποιο οξύ ιονίζεται πάρα πολύ και είναι ταυτόχρονα ισχυρό οξειδωτικό;
α) CH_3COOH . β) HNO_3 . γ) H_3PO_4 . δ) $(COOH)_2$. ε) HCl .
- 19) Οι προσμείξεις που απομακρύνονται από το νερό με την τυπική απόσταξη και δεν περιέχονται στο απόσταγμα είναι:
α) Πτητικές. β) Διαλυτές. γ) Μη πτητικές. δ) Υγροποιήσιμες. ε) Όξινες.
- 20) Κανονικό είναι το διάλυμα που περιέχει:
α) 1 γραμμόμολιο διαλυμένης ουσίας στο χιλιόγραμμο διαλυτικού. β) 1 g ουσίας στα 1000 g διαλυτικού. γ) 1 g-eq στο 1 λίτρο διαλύματος. δ) 1 g-eq στα 1000 g διαλύματος. ε) 1 mol διαλυμένης ουσίας στο 1 λίτρο διαλύματος.
- 21) Για ποιο από τα επόμενα αέρια προβλέπεται μεγαλύτερη ταχύτητα διαχύσεως;
α) NH_3 . β) HCl . γ) H_2 . δ) SO_2 . ε) CO_2 .
- 22) Το πιο δραστικό αμέταλλο είναι το: α) O_2 . β) Cl_2 . γ) S . δ) Na . ε) F_2 .
- 23) Το νερό είναι διαλυτικό για:
α) CH_3OH . β) CH_4 . γ) CS_2 . δ) C_8H_{18} . ε) CCl_4 .
- 24) Ποια από τις επόμενες αντιδράσεις είναι οξειδοαναγωγική;
α) $BaCl_2 + H_2SO_4 \rightarrow BaSO_4 + 2HCl$.
β) $SO_2 + H_2O \rightarrow H_2SO_3$.
γ) $2FeCl_2 + Cl_2 \rightarrow 2FeCl_3$.
δ) $2H_2O \rightarrow H_3O^+ + OH^-$.
ε) $ZnO + H_2SO_4 \rightarrow ZnSO_4 + H_2O$.
- 25) Τα ισότοπα διαφέρουν κατά:
α) Τον αριθμό e^- στη στιβάδα ενέργειας K . β) Το πυρηνικό φορτίο. γ) Τη μάζα του πυρήνα. δ) Τον αριθμό οξειδώσεως. ε) Τον αριθμό e^- της εξωτερικής στιβάδας.
- 26) Ποιος από τους παρακάτω 5 είναι ο καλύτερος ορισμός της «θερμότητας εξουδετέρωσης».
α) Η θερμότητα που ελευθερώνεται, όταν 1 mol μιας βάσεως εξουδετερώνεται από 1 g mol ενός οξέος σε αραιό διάλυμα και σε ορισμένη θερμοκρασία.
β) Η θερμότητα που απορροφάται όταν 1 mol ενός οξέος εξουδετερώνεται από 1 g-mol μιας βάσεως σε αραιό διάλυμα και σε ορισμένη θερμοκρασία.
γ) Η θερμότητα που απορροφάται ή ελευθερώνεται όταν 1 g άτομο ενός οξέος εξουδετερώνεται από 1 g-atom μιας βάσεως σε ορισμένη θερμοκρασία.
δ) Η θερμότητα που ελευθερώνεται ή απορροφάται, όταν ένα κανονικό διάλυμα που περιέχει 1 g-eq ενός οξέος, εξουδετερώνεται από ένα κανονικό διάλυμα που περιέχει 1 g-eq μιας βάσεως σε ορισμένη θερμοκρασία.
ε) Η θερμότητα που ελευθερώνεται όταν 1 g-eq ενός οξέος εξουδετερώνεται από 1 g-eq μιας βάσεως σε αραιό διάλυμα και σε ορισμένη θερμοκρασία.
- 27) Σε ποια από τις παρακάτω αντιδράσεις νομίζετε ότι θα συμβεί απορρόφηση θερμότητας;
α) Καύση άνθρακα σε ρεύμα αέρα. β) Αντίδραση Fe με S προς σχηματισμό FeS . γ) Σχηματισμός υγραερίου από επίδραση ατμού σε διάπυρο C . δ) Σχηματισμός αερίου προϊόντος.

- ε) Όλα τα παραπάνω.
- 28) Ποιο από τα παρακάτω στοιχεία είναι το πιο ηλεκτροθετικό;
α) Ca. β) Na. γ) K. δ) Mg. ε) F.
- 29) Ένα αέριο έχει τύπο (CO)x. Η σχετική πυκνότητα είναι 70. Η τιμή του x πρέπει να είναι:
α) 7. β) 5. γ) 6. δ) Καμιά από τις προηγούμενες. ε) Όλες οι προηγούμενες.
- 30) Μια μαύρη σκόνη καίγεται με αέρα για να σχηματίσει άχρωμο αέριο. Αντιδρά με πυκνό H_2SO_4 και σχηματίζει μείγμα από άχρωμα αέρια, ένα από τα οποία θολώνει το Ca(OH)_2 (διάλυμα). Η σκόνη είναι:
α) C. β) MnO_2 . γ) CuO . δ) Όλα τα προηγούμενα. ε) Κανένα από τα προηγούμενα.
- 31) Ένα αέριο συντηρεί την καύση καιόμενου Mg. Είναι άχρωμο και άοσμο. Σβήνει μια διάπυρη ουσία, αλλά κάτω από ορισμένες συνθήκες αντιδρά με O_2 και H_2 . Δεν είναι δηλητηριώδες. Το αέριο είναι:
α) Υδρατμοί, β) CO . γ) N_2 . δ) HCl . ε) N_2O .
- 32) Αν $20 \text{ cm}^3 \text{ CH}_4$ για να καούν, απαιτούν $50 \text{ cm}^3 \text{ O}_2$ ο όγκος των αερίων που μένουν υπό Κ.Σ. είναι:
α) 60 cm^3 . β) 70 cm^3 . γ) 30 cm^3 . δ) 50 cm^3 . ε) Κανένα από τα προηγούμενα.
- 33) Ένα συστατικό της πυρίτιδας που είναι αναγωγικό μέσο είναι:
α) KNO_3 . β) C. γ) CaCO_3 . δ) Na. ε) CS_2 .
- 34) Μια ουσία που μπορεί να προκαλέσει παροδική σκληρότητα του νερού και που θερμαινόμενη διασπάται και δίνει λευκό αδιάλυτο σώμα και άχρωμο αέριο είναι:
α) $\text{Mg(NO}_3)_2$. β) CaBr_2 . γ) NaHCO_3 . δ) $\text{Ca(HCO}_3)_2$. ε) Κανένα από τα προηγούμενα.
- 35) Ποια από τα παρακάτω είναι ακατάλληλα, για να χρησιμοποιηθούν στην αποσκλήρυνση του νερού;
α) Σαπούνι. β) Διάλυμα σόδας. γ) Περμουτίτης. δ) Ιοντοεναλλακτήρες. ε) Διάλυμα γύψου.
- 36) Ποιο από τα παρακάτω σώματα απαλλάσσει το νερό από την παροδική σκληρότητα και χρησιμοποιείται για την παρασκευή της χλωρασβέστου;
α) Na_2CO_3 . β) Cl_2 . γ) Περμουτίτης. δ) Σαπούνι. ε) Ca(OH)_2 .
- 37) Αντιδρά με ψυχρό νερό κάτω από ορισμένες συνθήκες και επίσης με CO_2 και N_2 είναι:
α) Fe. β) CuO . γ) O_2 . δ) P_4 . ε) Mg.
- 38) Αν θερμαίνουμε αυτήν την ουσία μπορούμε να πάρουμε SO_3 :
α) SO_2 . β) Na_2SO_4 . γ) CuSO_4 . δ) $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$. ε) KNO_3 .
- 39) Ένα ξηραντικό μέσο που απορροφά CO_2 και αντιδρά βίαια με H_2O είναι:
α) Αιθανόλη. β) Na_2CO_3 . γ) Πυκνό H_2SO_4 . δ) CaO . ε) P_2O_5 .
- 40) Ποια από τα παρακάτω είναι παρασκευή του Cl_2 :
α) Επίδραση HCl σε KMnO_4 . β) Επίδραση HCl σε Na_2O_2 . γ) Ηλεκτρόλυση NaCl . δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 41) Ποιο από τα παρακάτω δίνει άσπρο ίζημα με διάλυμα AgNO_3 , άσπρο ίζημα με αραιό H_2SO_4 και πράσινη φλόγα στο test καύσεως;
α) CuCl_2 . β) BaCl_2 . γ) $\text{Cu(NO}_3)_2$. δ) PbCl_2 . ε) $\text{Pb(NO}_3)_2$.
- 42) Το χλώριο (Cl_2) αντιδρά με NaOH κάτω από ορισμένες συνθήκες και δίνει:
α) NaCl . β) NaOCl . γ) NaClO_3 . δ) Όλα τα προηγούμενα. ε) Τίποτα από τα προηγούμενα.
- 43) Μια ουσία x θερμαίνεται. Ένα άχρωμο αέριο που δεν συντηρεί την καύση εκλύεται. Το υπόλειμμα διαλύεται στο νερό και σχηματίζει την ουσία Z. Περίσσεια CO_2 διοχετεύεται μέσω διαλύματος της Z και σχηματίζεται η Ψ. Η Ψ θερμαίνεται ήπια και η x ξανασχηματίζεται. Ποια είναι η x;
α) Na_2CO_3 . β) NaHCO_3 . γ) CaCO_3 . δ) $\text{Ca(NO}_3)_2$. ε) KClO_3 .
- 44) Ποιο από τα παρακάτω μέταλλα, αντιδρά με αραιό HNO_3 και δίνει H_2 :
α) Cu. β) Zn. γ) Fe. δ) Mg. ε) Ag.
- 45) Ποιο από τα παρακάτω αέρια έχει τη χαμηλότερη πυκνότητα;
α) He. β) Ar. γ) N_2 . δ) O_2 . ε) NH_3 .
- 46) Μια άσπρη σκόνη, όταν θερμανθεί ισχυρά δίνει καφέ καπνό. Όταν διάλυμα της σκόνης προστεθεί σε διάλυμα KI παίρνουμε ένα κιτρινωπό ίζημα. Όταν διάλυμα BaCl_2 προστεθεί σε διάλυμα της σκόνης παίρνουμε άσπρο ίζημα. Η σκόνη είναι:

- α) Οποιοδήποτε διαλυτό άλας. β) NaBr ή KBr. γ) Οποιοδήποτε νιτρικό άλας. δ) $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$. ε) AgNO_3 .
- 47) Ποια από τις παρακάτω προτάσεις είναι λανθασμένη;
 α) Ένα οξύ πρέπει να περιέχει τουλάχιστον ένα άτομο υδρογόνου. β) Μερικά οξέα περιέχουν περισσότερα από 20 άτομα υδρογόνου. γ) Ο αριθμός των ατόμων υδρογόνου που περιέχονται σε ένα οξύ καλείται βασικότητα αυτού. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 48) Μια ουσία όταν θερμαίνεται δίνει O_2 και μετατρέπει ένα όξινο διάλυμα KJ σε καφέ και επίσης ανάγει οξεισιμένο διάλυμα KMnO_4 . Αυτή είναι:
 α) SO_3 β) KNO_3 γ) H_2O_2 δ) Όλα τα προηγούμενα. ε) Τίποτα από τα προηγούμενα.
- 49) Διάλυμα λευκών κρυστάλλων δίνει με AgNO_3 ίζημα, ενώ δεν δίνει με διάλυμα Na_2CO_3 . Η επίδραση πυκνού H_2SO_4 επί των κρυστάλλων παράγει καφέ αέριο. Οι κρύσταλλοι είναι:
 α) NaNO_3 β) KCl γ) CaBr_2 δ) NaBr. ε) $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$.
- 50) Μερικοί μεγάλοι, λευκοί, διαφανείς κρύσταλλοι αφήνονται σε μια κάψα για μερικές ημέρες. Παρατηρούμε τότε, ότι αλλάζει η υφή τους και μετατρέπονται σε άσπρη σκόνη. Οι κρύσταλλοι μπορεί να είναι:
 α) KNO_3 β) NaCl. γ) Ένυδρο Na_2CO_3 δ) CuSO_4 ε) NH_4Cl .
- 51) Η διαδικασία που ακολουθήθηκε κατά την αλλαγή της υφής των κρυστάλλων που αναφέρονται στην προηγούμενη ερώτηση καλείται:
 α) Εξάχνωση. β) Αφυδάτωση. γ) Υγροποίηση. δ) Αλλοτροπία. ε) Αποσάθρωση.
- 52) Ένα οξείδιο μετάλλου ανάγεται με θέρμανση σε ρεύμα υδρογόνου. Μετά την πλήρη αναγωγή, βρέθηκε ότι 3,15 g του οξειδίου παρήγαγαν 1,05 g του μετάλλου. Μπορούμε να συμπεράνουμε ότι:
 α) Το AB του μετάλλου είναι 8. (Δίνεται AB: O = 16). β) Το AB του μετάλλου είναι 4. γ) Το XI του μετάλλου είναι 16. δ) Το XI του μετάλλου είναι 8. ε) Το XI του μετάλλου είναι 4.
- 53) Από την προηγούμενη διαδικασία το βάρος του παραχθέντος νερού θα είναι:
 α) 2,362 g. β) 18,9 g. γ) 4,721 g. δ) 9,442 g. και ε) Τίποτα από τα προηγούμενα.
- 54) Αραιό HCl οξύ προστίθεται σε δυο λευκές σκόνες Α και Β. Μετά εφαρμόζεται ήπια θέρμανση. Παράγεται ένα αέριο x από την Α και άλλο αέριο Ψ από τη Β. Και τα δύο αέρια μεταβάλλουν το χάρτι ηλιοτροπίου από μπλε σε κόκκινο και τον λευκαίνουν. Είναι και τα δυο βαρύτερα από τον αέρα και έχουν αποπνικτική οσμή. Τα αέρια είναι:
 α) CO και Cl_2 . β) NH_3 και CO_2 . γ) SO_2 και NH_3 . δ) SO_2 και Cl_2 . ε) HCl αέριο και NH_3 .
- 55) Όταν φυσαλίδες του αερίου x της προηγούμενης ασκήσεως διαβιβασθούν σε οξεισιμένο διάλυμα $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ αλλάζει το χρώμα του σε πράσινο. Οι δυο σκόνες Α και Β είναι:
 α) Κιμωλία και NH_4Cl . β) Na_2SO_3 και CaOCl_2 . γ) Κιμωλία και CaOCl_2 . δ) MnO_2 και Na_2SO_3 . ε) MnO_2 και CaOCl_2 .
- 56) Ποια από τις παρακάτω ουσίες έχει το υψηλότερο σ.ζ.;
 α) η-βουτάνιο. β) Προπανόλη-1. γ) Προπανάλη. δ) Μεθυλοβουτάνιο. ε) Διμεθυλαιθέρας.
- 57) Το αντιδραστήριο Tollen χρησιμεύει για το διαχωρισμό:
 α) Κορεσμένων και ακορεστών υδρογονανθράκων. β) Υδρογονανθράκων και αλκοολών. γ) Αλδεϋδών και αλκοολών. δ) Κετονών και αλδεϋδών. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 58) Ένα αντιδραστήριο που μπορεί να χρησιμοποιηθεί για το διαχωρισμό αλειφατικών και αρωματικών αλδεϋδών είναι:
 α) Αντιδραστήριο Schiff. β) Αντιδραστήριο Benedict. γ) Αντιδραστήριο Fehling. δ) β και γ. ε) Όλα τα προηγούμενα.
- 59) Ένωση του τύπου $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}$ μπορεί:
 α) Να ανάγει το φελίγγειο υγρό. β) Να είναι οπτικά ενεργή.



δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.

- 60) Τα πρωτογενή προϊόντα πυρολύσεως του προπανίου είναι:

- α) $\text{CH}_2=\text{CH}_2$ και H_2 .
 β) CO_2 , CH_4 και $\text{CH}\equiv\text{CH}$.
 γ) CH_4 , H_2 , $\text{CH}_2=\text{CH}_2$ και $\text{CH}\equiv\text{CH}$.
 δ) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CH}_2$, H_2 , CH_4 , και $\text{CH}_2=\text{CH}_2$.
 ε) Τίποτα από τα προηγούμενα.
- 61) Η διάκριση των ισομερών βουτινίου -1 και βουτινίου -2 μπορεί να γίνει με:
 α) NaHSO_3 . β) $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH}$. γ) Διάλυμα KMnO_4 . δ) CCl_4 . ε) CHJ_3 .

ΟΜΑΔΑ 2η

Ερωτήσεις πολλαπλής ορθότητας.

Στις παρακάτω ερωτήσεις διαλέξτε περισσότερες από μία σωστές απαντήσεις, αν νομίζετε ότι έτσι είναι.

Παράδειγμα 1.

Το CO_2 :

- α) Μπορεί να παραχθεί από κιμωλία (με πύρωση). β) Είναι οξειδωτικό σώμα. γ) Είναι όξινο οξείδιο. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 Η ορθή απάντηση είναι δ «όλα τα παραπάνω».

Παράδειγμα 2.

Το O_2 :

- α) Ξανανάβει ένα ερυθροπυρωμένο τεμάχιο. β) Είναι αναγωγικό μέσο. γ) Συλλέγεται υπεράνω νερού. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 Η ορθή απάντηση είναι «α» και «γ».

Ασκήσεις.

1) Το N_2 :

- α) Είναι πολύ δραστικό. β) Καίγεται σχηματίζοντας NO_2 . γ) Όταν φυσαλίδες του διαβιβασθούν σε διάλυμα $\text{Ca}(\text{OH})_2$ δημιουργείται άσπρο θόλωμα. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 2) Σε γενικές γραμμές η διαλυτότητα ενός αερίου σε ορισμένο όγκο υγρού αυξάνεται με:
 α) Αυξανόμενη θερμοκρασία. β) Ελαττούμενη θερμοκρασία. γ) Αυξανόμενη πίεση. δ) Ελαττούμενη πίεση. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 3) Για να σχηματισθούν υπέρκορα διαλύματα αλάτων πρέπει κάποιος:
 α) Να κρυσώσει πολύ αργά. β) Να χρησιμοποιήσει τρίμματα SiC ή άμμο στο διάλυμα. γ) Να κρυσώσει γρήγορα. δ) Να χρησιμοποιήσει ένα πολύ καθαρό σκεύος. ε) Να αφήσει το διάλυμα σε ηρεμία.
- 4) Στερεά που διαλύθηκαν στο νερό:
 α) Υψώνουν το σ.π. β) Χαμηλώνουν την τάση ατμών. γ) Ελαττώνουν την πυκνότητα. δ) Αυξάνουν το σημείο βρασμού. ε) Ελαττώνουν το σημείο βρασμού.
- 5) Τα ένυδρα ιόντα Cu στο CuSO_4 :
 α) Υπάρχουν στο διάλυμα. β) Δεν υπάρχουν στο διάλυμα. γ) Δίνουν στο άλας ένα μπλε χρώμα. δ) Αφυδατώνονται όταν οι κρύσταλλοι αφεθούν στον ατμοσφαιρικό αέρα. ε) Φέρουν ένα θετικό φορτίο.
- 6) Ποιες από τις επόμενες είναι ιοντικές ενώσεις;
 α) K_2SO_4 . β) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$. γ) HCl . δ) Ζάχαρη. ε) NaNO_3 .
- 7) Μια ιονική στερεή ουσία:
 α) Έχει ιόντα με μικρούς αριθμούς φορτίων. β) Συνήθως διαλύεται στο νερό υπό μορφή ιόντων. γ) Σχηματίζεται μεταξύ πολύ ηλεκτροαρνητικών στοιχείων. δ) Δεν έχει ανεξάρτητα μόρια. ε) Πάντα διαλύεται στην παραφίνη.
- 8) Ένα αγωγίμο διάλυμα:
 α) Μπορεί να σχηματισθεί διαλύοντας NaCl σε H_2O . β) Μπορεί να σχηματισθεί διαλύοντας HCl σε H_2O . γ) Πρέπει να έχει ιόντα. δ) Μπορεί να σχηματισθεί διαλύοντας Cl_2 σε H_2O . ε)

- Μπορεί να διαλυθεί διαλύοντας CCl_4 σε H_2O .
- 9) Όταν διαβιβάσουμε συνεχές σταθερό ρεύμα μέσω ηλεκτρολύτη για ορισμένο χρόνο, το βάρος του μετάλλου που αποτίθεται εξαρτάται εν μέρει από:
 - α) Το φορτίο του ιόντος του μετάλλου. β) Τη θερμοκρασία του διαλύματος. γ) Το βάρος του ατόμου (ιόντος) του μετάλλου. δ) Την αντίσταση του διαλύματος στο ρεύμα. ε) Την εξωτερική πίεση.
 - 10) Διαφορές μεταξύ αδάμαντα και γραφίτη είναι:
 - α) Ο γραφίτης ενώνεται με O_2 για να σχηματίσει CO_2 , αλλά το διαμάντι όχι. β) Η δομή του πλέγματος στο διαμάντι είναι διαφορετική από του γραφίτη. γ) Το διαμάντι επιτρέπει στο φως να περάσει από μέσα του, ενώ ο γραφίτης όχι. δ) Τα άτομα στο καθένα έχουν διαφορετικές μάζες. ε) Ο γραφίτης είναι καλός αγωγός της θερμότητας, ενώ το διαμάντι όχι.
 - 11) Διαφορές μεταξύ μετάλλων και αμετάλλων είναι:
 - α) Η αγωγιμότητα των μετάλλων είναι μεγαλύτερη από των αμετάλλων. β) Τα μέταλλα έχουν συνήθως συμπαγή δομή. γ) Τα μέταλλα δεν συναντώνται σαν αέρια σε θερμοκρασία δωματίου. δ) Τα αμέταλλα είναι μαλακότερα από τα μέταλλα. ε) Όλα τα παραπάνω.
 - 12) Ποια από τα επόμενα σώματα θα οξειδωθεί αν αφεθεί στον αέρα;
 - α) Το H_2O . β) Το Cl_2 . γ) Ο λευκός P_4 . δ) Το K . ε) Ο C .
 - 13) Οι καταλύτες:
 - α) Μεταβάλλουν την ταχύτητα μιας χημικής αντιδράσεως. β) Δεν υφίστανται χημική μεταβολή κατά την αντίδραση. γ) Μπορούν να μεταβάλλουν την πορεία της αντιδράσεως χωρίς να μεταβάλλουν το τελικό προϊόν. δ) Δεν υφίστανται φυσική μεταβολή κατά την αντίδραση. ε) Χρειάζεται να λαμβάνουν μέρος υπό ορισμένη συγκέντρωση.
 - 14) Το NO_2 είναι:
 - α) Αναγωγικό μέσο. β) Οξειδωτικό μέσο. γ) Ικανό να ξανακάψει ένα ερυθροπυρωμένο τεμάχιο. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 15) Το SO_2 είναι:
 - α) Αναγωγικό μέσο. β) Ουδέτερο οξείδιο. γ) Λευκαντικό μέσο. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 16) Το NaNO_3 :
 - α) Παράγει NO_2 κατά τη θέρμανση. β) Δεν είναι πολύ διαλυτό στο νερό. γ) Όταν συνθερμαίνεται με NH_4Cl παράγει N_2 . δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 17) Το X.I. ενός στοιχείου μπορεί να υπολογισθεί από:
 - α) Την ειδική θερμότητα (C) διαιρεμένη με το γινόμενο $6,4 \times \Sigma \Theta$. β) Τη σχέση $\text{AB}/\text{ατομικότητα}$. γ) $\text{MB}/\text{ατομικότητα} \times \Sigma \Theta$. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 18) Το αναγωγικό μέσο είναι μια ουσία τέτοια ώστε:
 - α) Μπορεί να δώσει H_2 σε άλλη ουσία. β) Μπορεί να αυξήσει τον αριθμό οξειδώσεως των συστατικών μιας ουσίας. γ) Μπορεί να δώσει ένα e^- σε άλλη ουσία ή ομάδα ουσιών. δ) Να κάνει όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 19) Το CH_4 μπορεί να παρασκευασθεί:
 - α) Με επίδραση H_2O σε Al_4C_3 . β) Με θέρμανση CH_3COONa με διάλυμα NaOH . γ) Με αναγωγή CH_3J . δ) Με όλες τις παραπάνω μεθόδους. ε) Με καμιά από τις παραπάνω μεθόδους.
 - 20) Αν πυκνό H_2SO_4 προστεθεί σε αλκοόλη, μπορεί να παραχθεί:
 - α) Θειικός αιθυλεστέρας. β) Διαιθυλιθέρας. γ) C_2H_4 . δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 21) Το N_2O :
 - α) Συντηρεί την καύση καιόμενου S . β) Είναι όξινο οξείδιο. γ) Είναι πολύ διαλυτό σε θερμό νερό. δ) Είναι όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
 - 22) Ένα μέταλλο x βρέθηκε σε ορυκτό, με περιεκτικότητα 98% και 2% ξένες προσμείξεις. Ποιες από τις παρακάτω προτάσεις είναι αληθινές:

- α) Έχει υψηλή τιμή στην αγορά των μετάλλων. β) Δίνει ισχυρές ακτινοβολίες. γ) Είναι πολύ δραστικό. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 23) Όταν θερμαίνουμε γαϊάνθρακα, απουσία O_2 , ποια από τα παρακάτω αέρια μπορούν να παραχθούν σε σχετικές ποσότητες;
α) H_2 . β) CO . γ) Cl_2 . δ) CH_4 . ε) Όλα τα προηγούμενα.
- 24) Ποιες από τις παρακάτω ουσίες μπορούν να χρησιμοποιηθούν ως ξηραντικά μέσα αερίων;
α) CaO . β) Πυκνό H_2SO_4 . γ) Ένυδρο Na_2CO_3 . δ) $CaCl_2$. ε) Όλα τα προηγούμενα.
- 25) Ποιες από τις παρακάτω διαδικασίες μπορούν να συντελέσουν στην παραγωγή ελεύθερου SO_2 ;
α) Καίοντας S. β) Επιδρώντας αραιό HCl σε Na_2SO_4 . γ) Επίδραση πυκνού H_2SO_4 σε S. δ) Επίδραση πυκνού H_2SO_4 σε Zn . ε) Όλα τα παραπάνω.
- 26) Ποια από τα παρακάτω αέρια μπορούν να διαχωρισθούν από το N_2 , χρησιμοποιώντας μόνο μπλε και κόκκινο υγραθέντα χάρτη ηλιοτροπίου;
α) NH_3 . β) Cl_2 . γ) CO . δ) O_2 . ε) SO_2 .
- 27) Ποιες από τις παρακάτω είναι ιδιότητες του O_3 ;
α) Μετατρέπει τις ενώσεις του Fe III σε ενώσεις του Fe II. β) Οξειδώνει το $NaCl$ σε $NaClO_3$. γ) Καίγεται στον αέρα με μπλε φλόγα. δ) Δεν είναι διαλυτό στο νερό. ε) Καμιά από τις παραπάνω.
- 28) Το Cl_2 .
α) Είναι πολύ δραστικό στοιχείο. β) Κάτω από ορισμένες συνθήκες ενώνεται απευθείας με το H_2 . γ) Ενώνεται με αρσενικό σχηματίζοντας $AsCl_3$. δ) Όταν διαβιβάζεται πάνω από θερμαινόμενο ασβέστιο σχηματίζει χλωράσβεστο ($CaOCl_2$). ε) Διαλύεται στο νερό.
- 29) Ποιες από τις παρακάτω ενώσεις μπορούν να διακριθούν από την κιμωλία, χρησιμοποιώντας μόνο δοκιμαστικούς σωλήνες με υδροχλωρικό οξύ και νερό;
α) $NaCl$. β) Na_2CO_3 . γ) $BaCO_3$. δ) $ZnCO_3$. ε) $MgCO_3$.
- 30) Ποια είναι περιεκτικότητα % κ.β. του υδρογόνου στο H_2O_2 ;
α) 5,88%. β) 50%. γ) 25%. δ) 52,5%. ε) 6,25%.
- 31) Ποια από τα παρακάτω είδη τροφίμων περιέχουν C;
α) Υδατάνθρακες. β) Λίπη. γ) Πρωτεΐνες. δ) Βιταμίνες. ε) Όλα τα προηγούμενα.
- 32) Ποιες από τις ακόλουθες προτάσεις για την NH_3 είναι ψευδείς;
α) Είναι βαρύτερη από τον αέρα. β) Δεν αντιδρά με το O_2 . γ) Σε διάλυμα παρουσία Cu^{2+} σχηματίζει σύμπλοκο ιόν. δ) Όλες είναι ψευδείς. ε) Καμιά δεν είναι ψευδής.
- 33) Τα νιτρικά άλατα ταξινομούνται σύμφωνα με το πώς αντιδρούν κατά τη θέρμανση. Ποιες από τις διαδικασίες που αναφέρονται παρακάτω μπορούν να πραγματοποιηθούν, όταν ένα νιτρικό άλας θερμαίνεται;
α) Μερικά μπορούν να διασπασθούν δίνοντας NO_2 και O_2 αφήνοντας το μέταλλο. β) Μερικά μπορούν να μείνουν σταθερά κατά τη θέρμανση και έτσι παραμένουν χημικώς τα ίδια με την έννοια ότι υπόκεινται σε διαρκή και έντονη θέρμανση. γ) Μερικά μπορούν να διασπασθούν δίνοντας O_2 και αφήνοντας νιτρώδες άλας. δ) Μερικά μπορούν να διασπασθούν δίνοντας ένα μείγμα από O_2 και NO_2 αφήνοντας το οξειδίο. ε) Μερικά μπορούν να διασπασθούν δίνοντας NO_2 αφήνοντας μόνο το οξειδίο.
- 34) Ποια από τα παρακάτω διαλύματα δεν δίνουν ίζημα αν διάλυμα $NaOH$ προστεθεί σ' αυτά;
α) Διάλυμα $Mg(NO_3)_2$. β) Διάλυμα Na_2SO_4 . γ) Διάλυμα K_2CO_3 . δ) Διάλυμα $FeSO_4$. ε) Διάλυμα $Cu(NO_3)_2$.
- 35) Ποια από τα ακόλουθα οξέα είναι μονοβασικά;
α) H_2SO_4 . β) H_2CO_3 . γ) H_3PO_4 . δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 36) Ποιες από τις παρακάτω είναι χρήσεις του γραφίτη;
α) Κατασκευή ηλεκτροδίων για ηλεκτρικούς φούρνους. β) Κατασκευή μαύρου Pb για γυαλιστικό σιδερένιων θερμαστρών. γ) Ως αγωγίμο μέσο. δ) Ως δείκτης. ε) Κατασκευή υαλίνων κοπτικών εργαλείων.
- 37) Το H_2SO_4 και το HNO_3 σε ποικίλες περιεκτικότητες επιδρώντας σε διάφορες ουσίες μπορούν

- να παράγουν:
 α) CO_2 . β) NO . γ) SO_2 . δ) NO_2 . β) H_2 .
- 38) Τα οξικά άλατα:
 α) Συνήθως σχηματίζονται από μονοβασικά οξέα. β) Όλα περιέχουν H. γ) Είναι όλα αδιάλυτα στο νερό. δ) Είναι όλα τα παραπάνω. ε) Δεν είναι τίποτα από τα παραπάνω.
- 39) Ο AgCl :
 α) Είναι αδιάλυτος στο νερό. β) Είναι άσπρος στο χρώμα. γ) Σχηματίζεται όταν διάλυμα AgNO_3 αναμιγνύεται με διάλυμα NaCl . δ) Είναι αδιάλυτος σε πυκνή αμμωνία. ε) Είναι όλα τα παραπάνω.
- 40) Ποιες από τις παρακάτω αντιδράσεις απαιτούν συνήθως καταλύτη;
 α) $\text{S} + \text{O}_2 \rightarrow \text{SO}_2$. β) $\text{SO}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 \rightarrow \text{SO}_3$. γ) $\text{N}_2 + 3\text{H}_2 \rightarrow 2\text{NH}_3$. δ) $\text{CO} + \frac{1}{2}\text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$. ε) Όλες οι παραπάνω.
- 41) Έχετε τις ακόλουθες ουσίες και συμπεράνετε ποιες από τις παρακάτω προτάσεις είναι σωστές: H_2SO_4 , κόκκινος Pb, HCl οξύ, CuO :
 α) Μία από αυτές είναι βασικό οξείδιο. β) Αν μία από αυτές τις ουσίες θερμανθεί μπορεί να παραχθεί O_2 . γ) Τρεις από τις ουσίες περιέχουν O_2 . δ) Τρεις από τις ουσίες περιέχουν H_2 . ε) Όλες οι παραπάνω είναι αληθινές.
- 42) Το υδροχλωρικό οξύ επιδρώντας σε διάφορες ουσίες μπορεί να παράγει:
 α) CO_2 . β) Cl_2 . γ) H_2 . δ) SO_2 . ε) Όλα τα παραπάνω.
- 43) Ένα μέταλλο καίγεται σε ρεύμα O_2 και όλα τα προϊόντα της καύσεως ζυγίζονται. Βρέθηκε ότι το βάρος του μετάλλου φαίνεται να έχει αυξηθεί κατά 24%, το A.B. του μετάλλου μπορεί να είναι:
 α) 25. β) 24. γ) 33,3. δ) 76. ε) Δεν έχουν δοθεί αρκετές πληροφορίες για τον υπολογισμό.
- 44) Αν κατά τη διάρκεια μιας αντιδράσεως ένα ιόν Fe II μετατρέπεται σε Fe III ιόν, ποια από τις παρακάτω προτάσεις μπορεί να αληθεύει;
 α) Ένα e^- έχει απομακρυνθεί από το ιόν του Fe II . β) Το ιόν του Fe II έχει οξινισθεί. γ) Μια από τις άλλες ουσίες που λαμβάνουν μέρος έχει αναχθεί. δ) Όλα τα παραπάνω. ε) Τίποτα από τα παραπάνω.
- 45) Αν παρασκευάζετε Cl_2 στο εργαστήριο και πρέπει να διαλέξετε μερικά από τα ζευγάρια των παρακάτω ενώσεων, ποια θα είναι κατάλληλα;
 α) Αραιό HCl και MnO_2 . β) Αραιό HCl και KMnO_4 . γ) Πυκνό H_2SO_4 , κοινό άλας και MnO_2 . δ) KCl και πυκνό H_2SO_4 . ε) CaOCl_2 και αραιό HCl .
- 46) Ποια από τις παρακάτω μεθόδους συντελεί στο σχηματισμό μιας χημικής ενώσεως;
 α) Διάλυση Na σε H_2O . β) Διάλυση NaCl σε H_2O . γ) Θέρμανση σύρματος Ag σε 1000°C . δ) Καύση P_4 . ε) Όλα τα παραπάνω.
- 47) Ποια από τα ακόλουθα αέρια μπορούν να συλλεχθούν υπεράνω H_2O ;
 α) NH_3 . β) H_2 . γ) N_2 . δ) O_2 . ε) CO_2 .
- 48) Ποιοι από τους παρακάτω τύπους αντιδράσεων μπορούν να συντελέσουν στο σχηματισμό άλατος;
 α) Επίδραση οξέος σε βάση. β) Επίδραση μετάλλου σε H_2O . γ) Επίδραση οξέος σε ένα ανθρακικό άλας. δ) Επίδραση οξέος σε μέταλλο. ε) Όλα τα παραπάνω.
- 49) Ποια από τα παρακάτω αέρια είναι και δηλητηριώδη και βαρύτερα από τον αέρα;
 α) He. β) N_2 . γ) CO_2 . δ) SO_2 . ε) Cl_2 .
- 50) Ποια από τα παρακάτω στοιχεία είναι λιγότερο ηλεκτροθετικά από το Na;
 α) K. β) Cu. γ) Zn. δ) Au. ε) Cl_2 .
- 51) Ποια από τις παρακάτω ενώσεις είναι αδιάλυτη σε νερό και λευκή όταν είναι σε μορφή σκόνης;
 α) Κιμωλία. β) CuCO_3 . γ) ZnSO_4 . δ) $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$. ε) BaSO_4 .

ΟΜΑΔΑ 3η
Τεστ σωστού–λανθασμένου.

Σ' αυτό το κεφάλαιο καλείστε να απαντήσετε, αν οι προτάσεις που παραθέτονται είναι σωστές ή λανθασμένες (Σ ή Λ).

Παράδειγμα.

- α) Ο CCl_4 είναι ένας οργανικός διαλύτης.
 β) Το Al είναι επαμφοτερίζον στοιχείο.
 γ) Σε θερμοκρασία δωματίου ο P_4 είναι αέριο.
 Οι απαντήσεις είναι: α) (Σ). β) (Σ). γ) (Λ).

Παρατήρηση.

Μην επιδιώξετε να απαντήσετε στην τύχη, γιατί ο συνηθισμένος τρόπος βαθμολογίας αυτών (των ερωτήσεων ή προτάσεων) είναι να αφαιρείται ο αριθμός των λανθασμένων απαντήσεων από τον αριθμό των σωστών.

Έτσι αν υποθεθεί ότι ένα τεστ έχει 20 ερωτήσεις και έχετε απαντήσει 13 σωστές και 7 λάθος, ο βαθμός σας θα είναι $13 - 7 = 6$. Ενώ αν απαντήσετε μόνο στις 13 που ξέρετε σίγουρα και υποθεθεί ότι σε μια κάνατε λάθος, τότε ο βαθμός σας είναι $13 - 1 = 12$.

Ασκήσεις.

- 1) Η αιθυλική αλκοόλη είναι πρωτοταγής αλκοόλη.
- 2) Ανόρθωση δ.δ. μπορεί να γίνει με την παρουσία Br_2 .
- 3) Το αμμωνιακό διάλυμα AgNO_3 στην αντίδραση με $\text{CH} \equiv \text{CH}$ παρέχει, παρουσία CuCl , κόκκινο ίζημα καρβιδίου.
- 4) Ένα σώμα που χρησιμοποιείται στο εργαστήριο ως ξηραντικό σώμα είναι η νατράσβεστος.
- 5) Το $g-eq$ του KMnO_4 είναι 3,16 g.
- 6) Το αντιδραστήριο Fehling μπορεί να ανιχνεύει πάντοτε ένα δισακχαρίτη.
- 7) 1 ml HCl 0,1 N εξουδετερώνει 5,3 mg NaOH .
- 8) Η αγωγιμότητα στους αγωγούς 2ου είδους, οφείλεται στην κίνηση των ιόντων.
- 9) Την αμφολυτική ιδιότητα των αμινοξέων την προσδίδει η $-\text{COOH}$.
- 10) Η αποσκήρυση νερού σε βιομηχανική κλίμακα γίνεται με προσθήκη σ' αυτό ασβέστου και σόδας.
- 11) Ο αριθμός οξειδώσεως του $(\text{COOH})_2$ είναι +2.
- 12) Αν μια οργανική ένωση αποχρωματίζει το ερυθρωπτό διάλυμα Br_2 σε CCl_4 , είναι αλκένιο.
- 13) Η οξύτητα του γάλατος οφείλεται στο συστατικό του λακτόζη.
- 14) Η φορμαλδεΐδη ανάγει διάλυμα AuCl_3 σε κolloειδή Au .
- 15) Διόρθωση γλεΰκους με ελαττωμένο σάκχαρο μπορεί να γίνει, όταν προστεθεί σ' αυτό υπολογισμένη ποσότητα χλιαρού νερού.
- 16) Η ολική οξύτητα (ογκομετρούμενη) του οίνου εκφράζεται σε CH_3COOH .
- 17) Διάλυμα φαινόλης δίνει παρουσία FeCl_3 ερυθροϊώδες χρώμα.
- 18) Στο διαχωρισμό αλδεϋδών από άλλες ενώσεις, δεν βρίσκει εφαρμογή η αντίδρασή τους με NaHSO_3 .
- 19) Οι αρωματικές αλδεΐδες αντιδρούν με το αντιδραστήριο Benedict (αντίδραση ανιχνεύσεώς τους).
- 20) Οι μεθυλοκετόνες όταν συνθερμανθούν με NaJO , παρέχουν κίτρινο κρυσταλλικό ίζημα από ιωδοφόρμιο (CHJ_3).
- 21) Οι πεντόζες με επίδραση HCl 12% παρέχουν φουρφουράλη, ενώ οι εξόζες δίνουν τελικά προϊόντα μυρμηκικό και λαμβουλικό οξύ.
- 22) Η αντίδραση Bial, ανιχνεύει, παρέχοντας ένα πράσινο χρώμα, το πεντάνιο.
- 23) Στο ελαϊκό οξύ υπάρχουν δυο *cis-trans* ισομερή, λόγω του δ.δ. Η *cis*-μορφή λέγεται ελαϊκό οξύ και η *trans* ελαϊδινικό οξύ.
- 24) Το ισοηλεκτρικό σημείο, αποτελεί φυσικοχημική σταθερά για τα αμινοξέα. Είναι δε η τιμή του pH , που το αμινοξύ αποκτά τη σύνταξη του διπολικού ιόντος.
- 25) Με την αντίδραση νινυδρίνης, ανιχνεύουμε μόνο και μόνο αμινοξέα.
- 26) Η χλωράλη διαφέρει από τις αλδεΐδες. Προσθήκη καυστικών αλκαλίων σ' αυτήν παρέχει

χλωροφόρμιο.

- 27) Μπορείτε να παρασκευάσετε βενζόλιο, αν στη διάθεσή σας έχετε ως πρώτες ύλες, ασβεστόλιθο, κωκ, νερό και αέρα;
- 28) Μπορεί να παρασκευασθεί οξικό οξύ από άμυλο;
- 29) Το HCOOH αποχρωματίζει οξινισμένο διάλυμα KMnO_4 .
- 30) Αύξηση της λιποπεριεκτικότητας στο γάλα, σημαίνει αύξηση και του ε.β. αυτού.
- 31) Δείγμα νερού που δίνει θετική την αντίδραση Nessler, είναι ύποπτο μολύνσεως.
- 32) Η Π.Σ. του νερού οφείλεται στα Cl^- και SO_4^{2-} άλατα του Ca και Mg.
- 33) Η καζεΐνη είναι το κύριο συστατικό-λεύκωμα του γάλατος.
- 34) Ο Δ.Υ. του τσιμέντου επηρεάζεται από την περιεκτικότητά του σε CaO.
- 35) Στα εδάφη, προκειμένου να προσδιορισθεί το επί τοις % ποσοστό σε CaCO_3 χρησιμοποιείται εργαστηριακά η συσκευή Bernard.
- 36) Η μέθοδος προσδιορισμού οργανικής ουσίας σε δείγμα εδάφους είναι οξειδομετρική και άμεση.
- 37) Κατά τη μέθοδο Kjeldahl το περιεχόμενο N μιας ουσίας, μετατρέπεται σε ευδιάλυτο αμμωνιακό άλας και μετά σε αέρια NH_3 .
- 38) Η απώλεια ενός χονδρόκοκκου αδρανούς-υλικού, στον προσδιορισμό υγείας αυτού δεν θα πρέπει να υπερβαίνει το ποσοστό του 12%.
- 39) Μεγάλη περιεκτικότητα Al_2O_3 στο τσιμέντο καθιστά το τσιμέντο βραδύπηκτο.
- 40) Η συσκευή Vicat χρησιμεύει στη συντήρηση των δοκιμών σκυροδέματος.
- 41) Ελαιόλαδο με οξύτητα 2,15% θεωρείται γ' ποιότητας.
- 42) Στον προσδιορισμό του αριθμού σαπωνοποιήσεως λιπαρών ουσιών χρησιμοποιείται αλκοολικό διάλυμα KOH και τούτο επειδή το KOH δεν είναι διαλυτό στο νερό.
- 43) Η γλουτένη απαντάται στο αλεύρι. Για να έχει όμως μεγάλο βαθμό αρτοποιητικής ικανότητας, πρέπει να είναι συνεκτική, ελαστική και ποιοτική.
- 44) Το βενζοϊκό νάτριο χρησιμοποιείται ως συντηρικό στα εμφιαλωμένα αναψυκτικά.
- 45) Ο βαθμός Br π σε ένα χυμό παρέχει το επί τοις % ποσοστό σε στερεά συστατικά.
- 46) Με φουραματική υδρόλυση της αμυγδαλίνης παράγεται, βενζαλδεΐδη, υδροκυάνιο και γλυκόζη.
- 47) Η μεθανόλη δεν παρέχει την αντίδραση του ιωδοφορμίου, ενώ η αιθανόλη δίνει κίτρινο ιωδοφόρμιο.
- 48) Διάλυμα KMnO_4 (αλκαλικό) ανάγεται από την προσθήκη HCOOH , ενώ δεν ανάγεται με την παρουσία CH_3COOH .
- 49) 1 ml EDTA 0,1 M συμπλοκοποιεί 0,0002 g Ca.
- 50) Το $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ είναι οξειδωτικό σώμα.
- 51) Το NO είναι όξινο οξείδιο.
- 52) Το Na_2CO_3 θερμαινόμενο διασπάται και δίνει CO_2 και NaOH.
- 53) Το KHCO_3 θερμαινόμενο διασπάται και δίνει CO_2 και KOH.
- 54) Το NaCl δεν υδrolύεται επειδή σχηματίζεται από ισχυρούς ηλεκτρολύτες.
- 55) Το Na μπορεί να παρασκευασθεί με ηλεκτρόλυση διαλύματος NaCl.
- 56) Ο FeSO_4 όταν θερμαίνεται δίνει SO_2 .
- 57) Το N_2 ενώνεται με O_2 κάτω από ορισμένες συνθήκες και δίνει NO ή NO_2 .
- 58) Αν διαβιρασθεί H_2S μέσω διαλύματος $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (οξινισμένου), τότε το χρώμα του διαλύματος μεταβάλλεται σε ανοικτοπράσινο, παρέχοντας κίτρινο ίζημα.
- 59) Το X.I. ενός στοιχείου μπορεί να υπολογισθεί από τη σχέση: $\text{AB} \times \Sigma \theta$.
- 60) Το CO είναι ένα ουδέτερο οξείδιο.
- 61) Βαμβακερό ύφασμα που έχει εμβαπτισθεί σε νέφτι αναφλέγεται παρουσία ρεύματος χλωρίου.
- 62) Μονοκλινές, ρομβικό και πλαστικό S είναι όλες κανονικές αλλοτροπικές μορφές του στερεού S.
- 63) Αν η C ενός μετάλλου είναι 0,064, τότε το AB του είναι 100.
- 64) Το HNO_3 αντιδρά με όλα τα μέταλλα και δίνει H_2 .

- 65) Όλα τα καυστικά αλκάλια είναι βάσεις.
- 66) Όλες οι βάσεις είναι καυστικά αλκάλια.
- 67) Τα οξείδια των αμετάλλων μπορεί να είναι όξινα ή ουδέτερα.
- 68) Μερικά οξείδια μετάλλων συμπεριφέρονται σαν όξινα οξείδια.
- 69) Το AB του ισοτόπου του C λήφθηκε ως σταθερά για όλα τα στοιχεία.
- 70) Η γλυκερίνη επιταχύνει την αποσύνθεση του H_2O_2 .
- 71) Ο λευκός φωσφόρος συνήθως φυλάσσεται μέσα σε νερό για να αποφευχθεί η ανάφλεξη του.
- 72) Ο λευκός φωσφόρος αντιδρά με NaOH και παρέχει φωσφίνη.
- 73) Ο τύπος του θειικού αργιλίου είναι $\text{Al}_3(\text{SO}_4)_2$.
- 74) Ο τύπος του διχρωμικού καλίου είναι K_2CrO_7 .
- 75) Ο FeCl_2 οξειδώνεται σε FeCl_3 .
- 76) Το H_2 και το O_2 μπορούν να σχηματίσουν εκρηκτικό μείγμα.
- 77) Ενώσεις που είναι πολύ ηλεκτροθετικές είναι δραστικές, ενώ ενώσεις που είναι πολύ ηλεκτραρνητικές τείνουν να γίνουν αδρανείς.
- 78) Γενικά τα στερεά διαλύονται καλύτερα σε θερμά υγρά, αλλά τα αέρια διαλύονται καλύτερα σε ψυχρά υγρά.
- 79) Όταν μια ένωση αποσυντίθεται παράγεται θερμότητα.
- 80) Η αμμωνία είναι αέριο διαλυτό στο νερό.
- 81) Το CuO είναι βάση.
- 82) Το CuO αντιδρά με οξέα και σχηματίζει άλατα.
- 83) Το NaCl είναι μια ομοιοπολική ένωση.
- 84) Το NaCl θερμαινόμενο διασπάται σε Na και Cl_2 .
- 85) Ο Cu επειδή είναι μονωτής χρησιμοποιείται για την κατασκευή ηλεκτρικών αντιστάσεων.
- 86) Οι ενώσεις του Si είναι όμοιες, κατά κάποιο τρόπο, με τις ενώσεις του C .
- 87) Το κάλιο αντικαθιστά το υδρογόνο από το H_2O επειδή είναι ηλεκτροθετικότερο από αυτό.
- 88) Το S και ο Fe μπορούν να διαχωρισθούν αν τα διαλύσουμε σε CS_2 και τα διηθήσουμε.
- 89) Επειδή το διαμάντι είναι μέταλλο, είναι πολύ σκληρό.
- 90) Όταν το CaO «σβηστεί» παράγεται θερμότητα, γιατί η αντίδραση μεταξύ CaO και H_2O είναι εξώθερμη.
- 91) Αν βάλομε ένα υγρό κομμάτι χαρτί ηλιοτροπίου σε ρεύμα Cl_2 , το χρώμα του μεταβάλλεται από μπλε σε κόκκινο και μετά άσπρο. Αυτό συμβαίνει επειδή το Cl_2 διαλύεται στο νερό και σχηματίζει μείγμα οξέων, τα οποία είναι αναγωγικά μέσα.
- 92) Η κιμωλία χρησιμοποιείται στις υφικαμίνους, επειδή μεταξύ των άλλων, το βασικό CaO που παράγεται ενώνεται με άμμο για να σχηματίσει CaSiO_3 .
- 93) Ο Au δεν είναι πολύ ηλεκτροθετικός ή ηλεκτραρνητικός γι' αυτό απαντά αυτοφυής.
- 94) Το BaO_2 με αραιό H_2SO_4 παράγει H_2O_2 και οξειδώνει το HCl οξύ δίνοντας Cl_2 .
- 95) Επειδή το Na είναι πολύ ηλεκτροθετικό, γι' αυτό θα ήταν δύσκολο να αποσυντεθεί το NaCl κατά τη θέρμανση.
- 96) Το S είναι αμέταλλο γι' αυτό δεν περιμένουμε να σχηματίσει όξινα οξείδια.
- 97) Διάλυμα AgNO_3 αναμειγνύεται με διάλυμα BaCl_2 , οπότε σχηματίζεται λευκό ίζημα, το $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, που είναι αδιάλυτο στο νερό.
- 98) Ένα διάλυμα H_2O_2 μπορεί να χρησιμοποιηθεί για να καθαρίσουμε παλιά χρώματα, επειδή είναι οξειδωτικό μέσο.
- 99) Ο Hg σε θερμοκρασία δωματίου είναι υγρό, γι' αυτό είναι μέταλλο.
- 100) Η εμπορική ονομασία του HNO_3 είναι σπίρτο του άλατος.
- 101) Ο ορείχαλκος είναι κράμα Cu και Zn .
- 102) Το συγκολλητικό κράμα «καλάι» είναι σύνθεση των μετάλλων Pb και Sn σε διάφορες αναλογίες.
- 103) Ο βωξίτης είναι ορυκτό του Al_2O_3 .
- 104) Το ορυκτό χαλκάνθη αποδίδεται με τον τύπο $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

- 105) Η χλωράσβεστος στο εμπόριο φέρεται με την εμπειρική ονομασία βρωμούσα.
 106) Το πράσινο του βιοτριολιού είναι ο $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.
 107) Ο βορδιγάλειος πολτός είναι διάλυμα μείγματος CuSO_4 και Ca(OH)_2 και χρησιμοποιείται ως παρασιτοκτόνο.
 108) Ο $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ είναι το πράσινο του βιτριολιού, ονομάζεται και καραμπογιά και χρησιμοποιείται στη βαφική και για την παρασκευή της μελάνης.
 109) Διάλυμα H_2O_2 3% φέρεται στα φαρμακεία με τη ονομασία «οξυζενέ».
 110) Το NaNO_3 καλείται εμπειρικά και νίτρο των Ινδιών.
 111) Μείγμα AgNO_3 και KNO_3 σε διάλυμα, υπό καθορισμένες αναλογίες, χρησιμοποιείται ως καυτήριο στην ιατρική και λέγεται «πέτρα της κολάσεως».
 112) Η λυθία λίθος είναι ορυκτό του Cu και χρησιμοποιείται στην κοσμηματοποιία για την εύρεση των καρατιών κραμάτων χρυσού.
 113) Διάλυμα NaCl σε νερό 0,09%, είναι ισότονο του αίματος και ονομάζεται «φυσιολογικός ορός».
 114) Το ρουμπίνι είναι ημιπολύτιμος λίθος (ορυκτό του Al_2O_3).
 115) Πυκνό διάλυμα Na_2SiO_3 καλείται υδρύαλος και αποτελεί συγκολλητική ύλη του γυαλιού.
 116) Μείγμα KNO_3 , S και C σε αναλογία (6:1:1) αναφέρεται με την εμπειρική ονομασία «πυρίτιδα».
 117) Ο καλομέλας είναι ο HgCl_2 , ενώ άλας του Hg_2Cl_2 είναι το σουμπλιμέ.
 118) Αραιά διάλυση ιωδίου σε αλκοόλη δίνει το βάμμα του ιωδίου.
 119) Το όξινο ανθρακικό νάτριο (σόδα φαρμακείου) βρίσκει εφαρμογή στην ιατρική και στην παρασκευή αφρωδών ποτών.

ΟΜΑΔΑ 4η

Τεστ συζεύξεως – Τύπος Α΄.

Σ' αυτήν την ενότητα σας δίνετε ένα σύνολο ιδιοτήτων ή παρασκευών (1, 2, 3, 4, 5) και ένα σύνολο χημικών ουσιών ή άλλων ειδών (α, β, γ, δ, ε). Ζητείται να συνδυάσετε κάθε είδος από την «α» ομάδα με ένα είδος από την «β» ομάδα.

Παράδειγμα.

- | | |
|--|------------------|
| 1) Αλλάζει το μπλε του ηλιοτροπίου σε κόκκινο και μετά σε άσπρο. | α) Br_2 |
| 2) Αλκαλικό αέριο. | β) CuO |
| 3) Ανάγει το CO_2 σε CO. | γ) NH_3 |
| 4) Καφέ αέριο. | δ) SO_2 |
| 5) Βασικό οξείδιο. | ε) C |

Απαντήσεις σωστές: 1–δ, 2–γ, 3–ε, 4–α, 5–6.

Ασκήσεις.

- | | |
|--|----------------------------|
| A) 1) Αντιδρά με HCl και δίνει οξειδωτικό μέσο (αέριο). | α) He |
| 2) Αδρανές αέριο. | β) CO |
| 3) Ουδέτερο οξείδιο. | γ) NO_2 |
| 4) Πράσινο ή κίτρινο υγρό. | δ) MnO_2 |
| 5) Αντιδρά με H_2O και δίνει NH_3 . | ε) Mg_3N_2 |
| B) 1) Μπορεί να έχει σθένος +2 ή +3. | α) XI. |
| 2) AB/ΣΘ. | β) Νόμος Graham |
| 3) $\frac{u_1}{u_2} = \frac{\sqrt{d_1}}{\sqrt{d_2}}$ u = ταχύτητα διαχύσεως αερίου
d = πυκνότητα αερίου | γ) Fe |
| 4) Αποσυντίθεται κατά τη θέρμανση για να δώσει δυο στοιχεία. | δ) «φτωχό αέριο» |

- 5) $N_2 + CO$. ε) HgO
- Γ) 1) Μπλε κρυσταλλική ουσία που παράγει NO_2 , όταν θερμανθεί.
 2) Άσπρη ουσία που γίνεται μπλε, όταν προστεθεί νερό σ' αυτή.
 3) Μπλε βιτριόλι.
 4) Λάδι του βιτριολιού.
 5) Σπίρτο του άλατος. α) πυκνό HCl
 β) $Cu(NO_3)_2$
 γ) πυκνό H_2SO_4
 δ) άνυδρος $CuSO_4$
 ε) κρύσταλλοι $CuSO_4$
- Δ) 1) Λιπαρό οξύ.
 2) Ανόργανο οξύ.
 3) Οξύ που δίνει CO_2 με C .
 4) Άλας όξινο.
 5) Κοινό άλας. α) $NaHCO_3$
 β) $Cu(NO_3)_2$
 γ) $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COOH$
 δ) πυκνό H_2SO_4
 ε) HCl οξύ
- Ε) 1) Επίδραση αραιού HCl επί $CaCO_3$.
 2) Επίδραση αραιού HCl επί Na_2SO_3 .
 3) Επίδραση αραιού MCl επί Zn .
 4) Επίδραση πυκνού HCl επί MnO_2 .
 5) Επίδραση πυκνού HCl επί FeS . α) SO_2
 β) H_2S
 γ) CO_2
 δ) H_2
 ε) Cl_2
- Ζ) 1) Μπορεί να διαχωρισθεί στα συστατικά του με τη χρήση μαγνήτη.
 2) Σχηματίζεται με επίδραση πυκνού H_2SO_4 σε $(COOH)_2$.
 3) Αν θερμανθεί θα δώσει SO_2 . α) Διάλυμα H_2O_2
 β) Μείγμα CO_2 και CO
 γ) Μείγμα ρινισμάτων Fe και κιμωλίας
- 4) Ένα οξειδωτικό μέσο που χάνει αυτήν την ιδιότητα αν βρασθεί.
 5) Χρησιμοποιείται για την παρασκευή κρυστάλλων ρομβικού θείου. δ) Διάλυμα H_2SO_3
 ε) CS_2
- Η) 1) Χρησιμοποιείται στη μεταλλουργία του Fe .
 2) Βρίσκεται στο υπέδαφος του Τέξας.
 3) Αποτελεί συστατικό του μπρούντζου.
 4) Επίδραση HCl οξέος σε $KMnO_4$.
 5) Παρασκευάζεται με σκοτεινές ηλεκτρικές εκκενώσεις σε ρεύμα O_2 . α) O_3
 β) κιμωλία
 γ) Zn
 δ) Cl_2
 ε) S
- Θ) 1) Ελευθερώνεται όταν προσθέτουμε H_2O σε ένωση που σχηματίζεται, όταν καίγεται Mg σε περιβάλλον N_2 .
 2) Αντιδρά αμφίδρομα με ατμό και σχηματίζει ένα οξειδίο και H_2 .
 3) Ελευθερώνεται όταν θερμαίνουμε $Fe_2(SO_4)_3$.
 4) Εξαχνώνεται και παρέχει βιολετί χρώμα.
 5) Το άσπρο ίζημα που σχηματίζεται όταν CO_2 διαβιβασθεί σε $Ca(OH)_2$. α) θερμό J_2
 β) Fe
 γ) NH_3
 δ) κιμωλία
 ε) SO_3
- Ι) 1) Άσπρη σκόνη.
 2) Λευκοί κρύσταλλοι.
 3) Μπλε κρύσταλλοι.
 4) Πράσινοι κρύσταλλοι.
 5) Πορτοκαλί κρύσταλλοι. α) $K_2Cr_2O_7$
 β) $FeSO_4 \cdot 7H_2O$
 γ) $Cu(NO_3)_2$
 δ) $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
 ε) $Ca(OH)_2$
- Κ) 1) Μία παραφίνη.
 2) Ένα οξύ.
 3) Αντιδρά με νάτριο και δίνει αιθυλικό νάτριο.
 4) Ολεφίνη.
 5) Περιέχει ένα τριπλό δεσμό. α) C_2H_4
 β) $HCOOH$
 γ) CH_3CH_2OH
 δ) O_2H_2
 ε) CH_4
- Λ) 1) Παράγεται, όταν πυκνό H_2SO_4 προστίθεται σε μείγμα κοινού άλατος και πυρολουσίτη.
 2) Όταν διάλυμα σόδας αναμειγνύεται με διάλυμα γαλαζόπετρας α) $NaCl$ και $NaClO_3$
 β) $Ba(NO_3)_2$

λαμβάνεται ως ίζημα.

- 3) Ένα διάλυμα από αυτό μπορεί να χρησιμοποιηθεί για το διαχωρισμό SO_4^{2-} και Cl^- ιόντων.
- 4) Σχηματίζεται αν διαβιβασθούν φουσαλίδες Cl_2 σε διάλυμα θερμού και πυκνού NaOH .
- 5) Είναι οξειδωτικό και αφυδατικό μέσο.
- γ) $\text{Cu}(\text{OH})_2$
- δ) Cl_2
- ε) H_2SO_4
- Μ) 1) Αραιό HNO_3 σε Cu .
- 2) Αραιό HCl οξύ σε KMnO_4 .
- 3) Αραιό H_2SO_4 σε NaHSO_3 .
- 4) Θέρμανση NaHCO_3 .
- 5) Συνθέρμανση NaOH και $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.
- α) CO_2
- β) NU_3
- γ) NO
- δ) SO_2
- ε) Cl_2
- Ν) 1) Διαλύεται σε ψυχρό νερό, αλλά συλλέγεται πάνω από θερμό νερό.
- 2) Μέθοδος Frasch.
- 3) Σταθερός τύπος S πάνω από 100°C .
- 4) Σταθερός τύπος S κάτω από 50°C .
- 5) Υφίσταται χημική μεταβολή από τον αέρα και συλλέγεται πάνω από το νερό.
- α) NO
- β) Μονοκλινές
- γ) S
- δ) N_2O
- ε) Ρομβικό
- Ξ) 1) Μια άσπρη σκόνη, διαλυτή στο H_2O , που δίνει CO_2 κατά τη θέρμανση.
- 2) Μια άσπρη σκόνη, αδιάλυτη στο H_2O , που δίνει CO_2 κατά τη θέρμανση
- 3) Μια άσπρη σκόνη, υδρολυόμενη στο H_2O , που δεν διασπάται κατά τη θέρμανση.
- 4) Μια άσπρη σκόνη, διαλυτή στο νερό, που παράγει O_2 κατά τη θέρμανση.
- 5) Μια άσπρη σκόνη, αδιάλυτη στο νερό, που δεν αποσυντίθεται κατά τη θέρμανση.
- α) ZnCO_3
- β) NaNO_3
- γ) NaHCO_3
- δ) Na_2CO_3
- ε) PbCl_2
- Ο) 1) Μαύρη σκόνη που ανάγει το πυκνό H_2SO_4 σε SO_2 .
- 2) Βαθείς μπλε κρύσταλλοι.
- 3) Μαύρη σκόνη που οξειδώνει πυκνό HCl οξύ.
- 4) Βαθυκόκκινοι κρύσταλλοι.
- 5) Πράσινη σκόνη που γίνεται μαύρη όταν θερμανθεί.
- α) CuCO_3
- β) MnO_2
- γ) $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- δ) C
- ε) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$
- Π) 1) Οξειδώνει ψυχρό αραιό HCl .
- 2) Σχηματίζεται όταν διαβιρασθεί περίσσεια SO_2 σε διάλυμα NaOH .
- 3) Σχηματίζεται με επίδραση αραιού HCl σε NaHSO_3 .
- 4) Πορτοκαλί κρύσταλλοι, οξειδωτικό μέσο.
- 5) Πράσινη ουσία που σχηματίζεται από αναγωγή διαλύματος των κρυστάλλων της (4) σε αραιό H_2SO_4 .
- γ) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- β) NaHSO_3
- γ) KMnO_4
- δ) $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$
- ε) SO_2
- Ρ) 1) Αν θερμανθεί ισχυρά δίνει O_2 . Το υπόλειμμα δίνει αέριο HCl με πυκνό H_2SO_4 .
- 2) Αν θερμανθεί ισχυρά δίνει O_2 και αφήνει ένα στοιχείο.
- 3) Αποσυντίθεται αργά δίνοντας μόνο O_2 .
- 4) Αντιδρά με KMnO_4 και MnO_2 και δίνει O_2 .
- 5) Αν θερμανθεί ισχυρά δίνει O_2 . Το υπόλειμμα θερμαινόμενο με διάλυμα NH_4Cl δίνει N_2 .
- α) KNO_3
- β) HgO
- γ) H_2O_2
- δ) KClO_3
- ε) O_3
- Σ) 1) Ένα διάλυμά του δίνει άσπρο ίζημα με AgNO_3 .
- 2) Με οξέα παράγει άχρωμο όξινο οξύδιο.
- α) MgCl_2
- β) MgSO_4

- 3) Κρύσταλλοι που έχουν ροζ χρώμα.
 4) Με ισχυρή θέρμανση δίνει αέριο που ξανανάβει πυρακτωμένο κομμάτι.
 5) Το Mg καίγεται σε CO_2 , το υπόλειμμα διαλύεται σε H_2SO_4 .
- Τ) 1) Δίνει πυκνούς λευκούς καπνούς με NH_3 .
 2) Ελαιογενές αέριο.
 3) Οξειδωτικό μέσο.
 4) Νισαντήρι.
 5) Μπλε βιτριόλι.
- Υ) 1) Επίδραση H_2SO_4 σε BaS.
 2) Θέρμανση ρινισμάτων Fe με σκόνη S.
 3) Διάλυμα NaOH και διάλυμα $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$.
 4) Το προϊόν του (3) αν θερμανθεί.
 5) Διαβίβαση H_2S σε όξινο διάλυμα CuSO_4 .
- Φ) 1) Μέθοδος Kjeldahl.
 2) Ηλεκτρόλυση τήγματος NaCl.
 3) Μέθοδος Solvay.
 4) Υγραέριο.
 5) Φτωχό αέριο.
- Χ) 1) Προκαλεί αναισθησία και νευρικό γέλιο (ιλαρό αέριο).
 2) Ανάγει το CuO και παράγει αδρανές αέριο.
 3) Χρησιμοποιείται ως απολυμαντικό.
 4) Ανάβει τις υπαίθριες λάμπες (λύχνους).
 5) Αυτό το αέριο κανέναν δεν ξέρει αν είναι άοσμο ή όχι.
- Ψ) 1) Βρέθηκε στον ήλιο.
 2) Τεστ για υγρασία ή νερό.
 3) Καταλύτης στην παρασκευή H_2SO_4 .
 4) Όταν καίγεται στον αέρα μπορεί να παράγει μια κίτρινη σκόνη.
 5) Έχει χημική συγγένεια με την αιμοσφαιρίνη.
- Ω) 1) Είναι επαμφοτερίζον οξειδίο.
 2) Χρησιμεύει για την απορρόφηση υγρασίας (ξηραντικό μέσο).
 3) Είναι ουδέτερο οξειδίο και αντιδρά με το Ni.
 4) Είναι άλας που δεν υδρολύεται.
 5) Καλομέλας.
- γ) MgCO_3
 δ) MnSO_4
 ε) MgNO_3
 α) CH_4
 β) HCl οξύ
 γ) H_2SO_4
 δ) NH_4Cl
 ε) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
 α) FeS
 β) CuO
 γ) $\text{Cu}(\text{OH})_2$
 δ) H_2S
 ε) CuS
 α) $\text{CO} + \text{N}_2$
 β) $\text{CO} + \text{H}_2$
 γ) Na
 δ) Na_2CO_3
 ε) NH_3
 α) N_2O
 β) Cl_2
 γ) NH_3
 δ) NO
 ε) C_2H_2
 α) H_2S
 β) He
 γ) άνυδρος CuSO_4
 δ) V_2O_5
 ε) CO
 α) P_2O_2
 β) KCl
 γ) Al_2O_3
 δ) Hg_2Cl_2
 ε) CO

ΟΜΑΔΑ 5η

Τεστ συζεύξεως – Τύπος Β΄.

Σ' αυτόν τον τύπο ερωτήσεων, ζητείται να δημιουργήσετε, διαλέγοντας τις προτάσεις, πέντε σωστά ζευγάρια από τις 10 (δέκα) που σας δίνονται.

Παράδειγμα.

1) CO_2 . 2) FeS. 3) Μεταβάλλει το $\text{Ca}(\text{OH})_2$ σε γαλακτώδες. 4) Άνυδρος CuSO_4 . 5) O_2 . 6) Τεστ για το H_2O . 7) Ξανανάβει ερυθροπυρωμένο κομμάτι. 8) Πορτοκαλί κρύσταλλοι. 9) Επίδραση HCl οξέος σ' αυτό δίνει H_2S . 10) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

Απαντήσεις: 1–3, 2–9, 4–6, 5–7, 8–10.

Ασκήσεις.

- 1) 1) NO_2 . 2) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. 3) Σαπούνι. 4) Καφέ αέριο. 5) Οξειδίο Cu. 6) Αποσκληραίνει το H_2O . 7) Άσπρο ίζημα. 8) Μπλε κρύσταλλοι. 9) Βάση. 10) AgNO_3 και HCl.

- 2) 1) Το οξύ που έμεινε όταν H_2S αντιδρά με H_2SO_4 πυκνό. 2) NaCl . 3) HCOOH . 4) H_2SO_3 . 5) Γύψος. 6) Ορυκτό άλας. 7) $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. 8) Άλας Epsom. 9) $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. 10) Επίδραση πυκνού H_2SO_4 σ' αυτό δίνει CO .
- 3) 1) CO . 2) CO_2 . 3) Μέταλλο σε ένα διαλυτό ανθρακικό άλας. 4) N_2 . 5) Παράγεται όταν διαβιβάζουμε CO_2 σε διάπυρο C. 6) $\text{CO}_2 + \text{NaOH}$. 7) Na . 8) Εξέρχεται όταν ανοίξουμε γκαζόζα. 9) Na_2CO_3 . 10) Το NH_4NO_2 διασπώμενο το παρέχει.
- 4) 1) Ένας τύπος μιας ουσίας που ελευθερώνει J_2 από ένα όξινο διάλυμα. 2) Διάλυμα BaCl_2 . 3) Ισχυρό άλκαλι. 4) $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$. 5) Μπορεί να χρησιμοποιηθεί σαν τεστ για ένα διάλυμα θειικού άλατος. 6) NaOH . 7) Οξειδωτικό μέσο. 8) Προϊόντα σχηματιζόμενα όταν το Na αντιδρά με H_2O . 9) Θερμαινόμενο δίνει CaCO_3 . 10) $\text{NaOH} + \text{H}_2$.
- 5) 1) Κάθοδος στην ηλεκτρολυτική παρασκευή Ca . 2) Fe . 3) Κατιόν. 4) Άνοδος. 5) Αμμώνιο. 6) Επαμφοτερίζον. 7) Εκεί που εκφορτίζονται τα ανιόντα. 8) $\text{ZnO} + \text{NaOH}$. 9) ZnO . 10) Na_2ZnO_2 .
- 6) 1) Διαφανές οκτάεδρο. 2) Έχει αλλοτροπικές μορφές. 3) Διαμάντι. 4) Φωσφίνη. 5) Ορθοφωσφορικό οξύ. 6) P_4 . 7) $\text{NaOH} + \text{P}_4$. 8) Μέθοδος Frasch. 9) $\text{P}_2\text{O}_5 + \text{H}_2\text{O}$. 10) Εξαγωγή S.
- 7) 1) S και άσπρος διάπυρος C. 2) H_2SO_4 επί FeS . 3) Μαύρο ίζημα. 4) CS_2 . 5) H_2S σε διάλυμα CuCl_2 . 6) Θερμός Fe σε ρεύμα Cl_2 . 7) Θερμός Fe σε ρεύμα HCl . 8) FeCl_2 . 9) FeSO_4 . 10) FeCl_3 .
- 8) 1) Προσθέτουμε CaCl_2 για να χαμηλώσουμε το σημείο τήξεως. 2) Θερμαίνεται NaHCO_3 . 3) Άλας της Χιλής. 4) Κελί Downs. 5) Κάνει τα γλυκίσματα να φουσκώνουν. 6) $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{Pb}(\text{OH})_2$. 7) PbO_2 . 8) NaNO_3 . 9) Η καθίζηση αυτής της ουσίας που προξενεί παροδική σκληρότητα. 10) CaCO_3 .
- 9) 1) NH_3 προστίθεται σε H_2SO_4 . 2) Η ζάχαρη όταν προστεθεί αυτό μαυρίζει. 3) Μαλακώνει το νερό. 4) NH_3 . 5) Σόδα. 6) NO και H_2O . 7) Μέθοδος Haber. 8) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. 9) Πυκνό H_2SO_4 . 10) Οξειδωση της NH_3 .
- 10) 1) Υψικάμινος. 2) Dalton. 3) Μάρμαρο. 4) Παράγει Fe . 5) Ατομική θεωρία. 6) Αποσαθρώνεται. 7) Μέθοδος Haber. 8) $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. 9) CaCO_3 . 10) Προκαταρκτική αντίδραση στην παρασκευή HNO_3 .
- 11) 1) Αντιδρά βίαια με H_2O . 2) Ατελής καύση του C. 3) CO . 4) Ανάμιξη διαλυμάτων $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ και Na_2S . 5) Κόκκινος Pb. 6) Μέταλλο με χαμηλή πυκνότητα. 7) BaS . 8) Al . 9) K . 10) Δίνει O_2 όταν θερμανθεί αφήνοντας υπόλειμμα λιθάργυρο.
- 12) 1) Παράγεται κατά τη διάρκεια ζυμώσεως. 2) Εκλύεται κατά τη διάρκεια φωτοσυνθέσεως. 3) παράγεται στην κθόδο σε ένα κελί Downs. 4) SO_3 . 5) Αντιδρά βίαια με H_2O . 6) CO_2 . 7) Na . 8) O_2 . 9) NH_4NO_3 . 10) Ένα επικίνδυνο φορτίο.
- 13) 1) Παραφίνη. 2) CH_3OH . 3) Επίδραση H_2O σε CaC_2 . 4) Συχνά χρησιμοποιείται ως αφυδραντικό μέσο. 5) Ασετυλίνη. 6) Το οξύ του ξιδιού. 7) Αιθάνιο. 8) Αλκοόλη. 9) Πυκνό H_2SO_4 . 10) CH_3COOH .
- 14) 1) Στερεό που ρευστοποιείται. 2) Θερμαινόμενο τήκεται. 3) Υγραέριο. 4) CaCl_2 . 5) Χρησιμοποιείται στη μέθοδο Clark για την αποσκληρυνση του νερού. 6) Ατμός και διάπυρος C. 7) Περμουτίτης. 8) $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot \omega\text{H}_2\text{O}$. 9) K_2CO_3 . 10) $\text{Ca}(\text{OH})_2$.
- 15) 1) Υδατάνθρακας. 2) Στεατικό. 3) $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. 4) Προξενεί μόνιμη σκληρότητα. 5) Βασικό συστατικό του ανθρώπινου σκελετού. 6) Λιπαρό οξύ. 7) Σθένος 3 ή 5. 8) Γλυκόζη. 9) Άλας του Epsom. 10) Αζωτο.
- 16) 1) Αλκάνιο. 2) C_2H_4 . 3) Αιθέρας. 4) CH_3CH_3 . 5) ROR' . 6) Αλκένιο. 7) CH_3COCH_3 . 8) Εστέρας. 9) $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_2$. 10) Κετόνη.
- 17) 1) Εκλύεται στην αντίδραση $\text{Al}_4\text{C}_3 + \text{H}_2\text{O}$. 2) CH_3^- . 3) C_2H_2 . 4) Εστεροποίηση. 5) Διάλυμα Br_2 . 6) CH_4 . 7) Επίδραση H_2O σε CaC_2 . 8) $\text{ROH} + \text{RCOOH}$. 9) Μεθύλιο. 10) Ανιχνεύει το διπλό δεσμό.
- 18) 1) Αντίδραση Cannizzaro. 2) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{O}$. 3) Κετόνη. 4) CH_3COOH . 5) $\text{NaOH} + \text{HCHO}$. 6) Εκφράζει την πτητική οξύτητα των οίνων. 7) Δεν πολυμερίζεται. 8) Παρέχει την αντίδραση του μεταλλικού κατόπτρου. 9) $\text{H}_2\text{O} + \text{CH}_3\text{COOH}$. 10) Προϊόντα της οξοποίησης.
- 19) 1) C_6H_6 . 2) Μη ανάγων δισακχαρίτης. 3) Αλκίνιο. 4) Ζάχαρη. 5) Παρασκευάζεται από πρώ-

τες ύλες, ασβεστόλιθος, κωκ και H_2O . 6) Ασετυλίνη. 7) Γαλατοσάκχαρο. 8) Μετουσίωση. 9) Ανάγων δισακχαρίτης. 10) Πρωτεΐνη.
20) 1) Μεθανόλη. 2) $RCOONa$. 3) Άλας Seignette. 4) CH_3OH . 5) Σαπούνι. 6) Αποχρωματίζει το ροζ διάλυμα $KMnO_4$. 7) Τρυγικό καλιονάτριο. 8) Αλκένιο. 9) Λέγεται και φορμόλη. 10) $HCHO$ 40%.

ΑΠΑΝΤΗΣΕΙΣ

Ομάδα 1

Ερωτήσεις πολλαπλής εκλογής

1) ε	2) α	3) γ	4) ε	5) δ	6) γ	7) γ
8) ε	9) α	10) α	11) β	12) β	13) β	14) δ
15) β	16) δ	17) γ	18) β	19) γ	20) γ	21) γ
22) ε	23) α	24) γ	25) γ	26) ε	27) γ	28) γ
29) β	30) α	31) ε	32) γ	33) β	34) δ	35) ε
36) ε	37) ε	38) δ	39) δ	40) δ	41) β	42) δ
43) γ	44) δ	45) α	46) ε	47) γ	48) γ	49) δ
50) γ	51) ε	52) ε	53) α	54) δ	55) β	56) θ
57) δ	58) δ	59) δ	60) δ	61) β		

Ομάδα 2

Ερωτήσεις πολλαπλής ορθότητας

1) ε	2) βγ	3) αδε	4) βδ	5) αγ	6) αε	7) αβδ
8) αβγδ	9) αγ	10) βγε	11) αβγ	12) γδ	13) αβγ	14) βγ
15) αγ	16) ε	17) γ	18) αγ	19) δ	20) δ	21) α
22) α	23) αβδ	24) αβδ	25) αγδ	26) αβε	27) ε	28) αβγε
29) αβ	30) α	31) ε	32) αβ	33) αγδ	34) βγ	35) ε
36) αβ	37) αβγδε	38) β	39) αβγ	40) βγ	41) βγ	42) ε
43) ε	44) δ	45) βγε	46) αδ	47) βγδε	48) αγδ	49) δε
50) βγδε	51) αε					

Ομάδα 3

Ερωτήσεις σωστού λανθασμένου

1) Σ	11) Σ	21) Σ	31) Σ	41) Σ	51) Λ	61) Σ
2) Σ	12) Σ	22) Λ	32) Λ	42) Λ	52) Λ	62) Λ
3) Σ	13) Λ	23) Σ	33) Σ	43) Σ	53) Λ	63) Σ
4) Σ	14) Σ	24) Σ	34) Σ	44) Σ	54) Σ	64) Λ
5) Λ	15) Λ	25) Λ	35) Σ	45) Σ	55) Σ	65) Σ
6) Λ	16) Λ	26) Σ	36) Λ	46) Σ	56) Σ	66) Λ
7) Λ	17) Σ	27) Σ	37) Σ	47) Σ	57) Σ	67) Σ
8) Σ	18) Λ	28) Σ	38) Σ	48) Σ	58) Σ	68) Σ
9) Λ	19) Λ	29) Λ	39) Λ	49) Λ	59) Λ	69) Σ
10) Σ	20) Σ	30) Λ	40) Λ	50) Λ	60) Σ	70) Λ
71) Σ	81) Λ	91) Λ	101) Σ	111) Σ		
72) Σ	82) Σ	92) Σ	102) Σ	112) Λ		
73) Λ	83) Λ	93) Σ	103) Σ	113) Σ		
74) Λ	84) Λ	94) Σ	104) Λ	114) Σ		
75) Σ	85) Λ	95) Σ	105) Σ	115) Σ		
76) Σ	86) Σ	96) Λ	106) Λ	116) Σ		

77) Λ	87) Σ	97) Λ	107) Σ	117) Λ
78) Σ	88) Σ	98) Σ	108) Σ	118) Σ
79) Λ	89) Λ	99) Λ	109) Σ	119) Σ
80) Σ	90) Σ	100) Λ	110) Λ	

Ομάδα 4

Τεστ συζεύξεως (τύπος α')

A) 1-δ	2-α	3-β	4-γ	5-ε
B) 1-γ	2-α	3-β	4-ε	5-δ
Γ) 1-β	2-δ	3-ε	4-γ	5-α
Δ) 1-γ	2-ε	3-δ	4-α	5-β
E) 1-γ	2-α	3-δ	4-ε	5-β
Z) 1-γ	2-β	3-δ	4-α	5-ε
H) 1-β	2-ε	3-γ	4-δ	5-α
θ) 1-γ	2-β	3-ε	4-α	5-δ
I) 1-ε	2-δ	3-γ	4-β	5-α
K) 1-ε	2-β	3-γ	4-α	5-δ
Λ) 1-δ	2-γ	3-β	4-α	5-ε
M) 1-γ	2-ε	3-δ	4-α	5-β
N) 1-δ	2-γ	3-β	4-ε	5-α
Ξ) 1-γ	2-α	3-δ	4-β	5-ε
O) 1-δ	2-ε	3-β	4-γ	5-α
Π) 1-γ	2-β	3-ε	4-α	5-δ
P) 1-δ	2-β	3-ε	4-γ	5-α
Σ) 1-α	2-γ	3-δ	4-ε	5-β
T) 1-β	2-α	3-γ	4-δ	5-ε
Υ) 1-δ	2-α	3-γ	4-β	5-ε
Φ) 1-ε	2-γ	3-δ	4-β	5-α
X) 1-α	2-γ	3-β	4-ε	5-δ
Φ) 1-β	2-γ	3-δ	4-α	5-ε
Ω) 1-γ	2-α	3-ε	4-β	5-δ

Ομάδα 5

Τεστ συζεύξεως (τύπος β')

1)	1-4	2-8	3-6	5-9	7-10
2)	1-4	2-6	3-10	5-7	8-9
3)	1-5	2-8	3-7	4-10	6-9
4)	1-7	2-5	3-6	4-9	8-10
5)	1-2	3-5	4-7	6-9	8-10
6)	1-3	2-6	4-7	5-9	8-10
7)	1-4	2-9	3-5	6-10	7-8
8)	1-4	2-5	3-8	6-7	9-10
9)	1-8	2-9	3-5	4-7	6-10
10)	1-4	2-5	3-9	6-8	7-10
11)	1-9	2-3	4-7	6-8	5-10
12)	1-6	2-8	3-7	4-5	9-10
13)	1-7	2-8	3-5	4-9	6-10
14)	1-4	2-9	3-6	5-10	7-8
15)	1-8	2-6	3-5	4-9	7-10
16)	1-4	2-6	3-5	7-10	8-9

17)	1-6	2-9	3-7	4-8	5-10
18)	1-5	2-8	3-7	4-6	9-10
19)	1-5	2-4	3-6	7-9	8-10
20)	1-4	2-5	3-7	6-8	9-10