

ΟΔΗΓΟΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΑΣΚΗΣΕΩΝ

Εργαστηριακό ημερολόγιο – Εργαστηριακή αναφορά

Κατά τη διάρκεια ενός πειράματος είμαστε υποχρεωμένοι να διατηρούμε ένα εργαστηριακό τετράδιο-ημερολόγιο όπου αναγράφονται με ακρίβεια και σαφήνεια οι ακολουθούμενες πειραματικές διαδικασίες, οι παρατηρήσεις και οι αριθμητικοί υπολογισμοί.

Το ημερολόγιο-αναφορά ξεκινά με το ονοματεπώνυμό μας, τον αριθμό μητρώου (Α.Μ.), την εργαστηριακή μας θέση (π.χ. 122B) και τον τίτλο της εργασίας- άσκησης που διεξάγεται (π.χ. 31 Οκτωβρίου 2011 – Παρασκευή διαλυμάτων και προσδιορισμός της πυκνότητάς τους).

Στη συνέχεια καταγράφονται τα όργανα, οι χημικές ουσίες που χρησιμοποιούνται και η πιθανή επικινδυνότητα ή τοξικότητά τους. Η πειραματική διαδικασία καταγράφεται όπως ΠΡΑΓΜΑΤΙΚΑ συμβαίνει – όπως ΠΡΑΓΜΑΤΙΚΑ ακολουθήθηκε, αφού αρκετές φορές αναγκαζόμαστε να κάνουμε και κάποιες τροποποιήσεις σε αυτή λόγω αντικατάστασης αντιδραστηρίων με άλλα λιγότερο επικίνδυνα ή λόγω υψηλού κόστους.

Ακόμα:

- Σχεδιάζονται όλες οι πειραματικές διατάξεις
- Τα αριθμητικά δεδομένα ακολουθούνται από τις μονάδες τους π.χ. 3 g, 5 cm³, 2 L
- Καταγράφεται αμέσως κάθε φυσική ή χημική μεταβολή όπως αυτή συμβαίνει
- Οι οποιοδήποτε αριθμητικοί υπολογισμοί θα πρέπει να αναγράφονται με σαφήνεια (π.χ. στρογγύλεμα αποτελέσματος)
- Αναφέρονται οι, για λόγους ασφαλείας, προφυλάξεις που ελήφθησαν

Τέλος, καταγράφονται η αποτίμηση των αποτελεσμάτων – συμπερασμάτων.

Απόσπασμα ἀπὸ τὸ βιβλίον
"Πρακτικὰ Ἀποργάνων Χημείας"
Δ. Καζάνη.

ΣΦΑΛΜΑΤΑ
ΚΑΤΑ ΤΑΣ ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ

... Ὅσον μεγαλύτερος ὁ ἀριθμὸς τῶν παρατηρήσεων καὶ ὅσον ὀλιγώτερον διαφέρουν αὐταὶ μεταξὺ τῶν, τόσον περισσότερον τὸ ἀποτέλεσμα πλησιάζει πρὸς τὴν ἀλήθειαν. Ἡ τελευταία αὕτη συνθήκη ικανοποιεῖται διὰ καταλλήλου ἐπιλογῆς τῆς μεθόδου παρατηρήσεως, διὰ τῆς ἀκριβείας τῶν ὀργάνων καὶ διὰ τῆς προσοχῆς, μετὰ τῆς ὁποίας ἐκτελοῦμεν τὰς μετρήσεις ἐν συνεχείᾳ προσδιορίζομεν διὰ τῆς μεθόδου τῶν πιθανοτήτων τὸ καλύτερον μέσον ἀποτέλεσμα ἢ ἐκεῖνο, τὸ ὁποῖον συνεπάγεται τὸ μικρότερον σφάλμα...

Εἶναι ἐπὶ πλέον ἀπαραίτητον νὰ ἐκτιμῶμεν τὴν πιθανότητα, ὅτι τὰ σφάλματα εὐρίσκονται ἐντὸς τῶν ἐπιθυμητῶν ὁρίων...

Laplace (1749-1827)

Εἰς τὰς διαφόρους μετρήσεις ὑπηρεῖσονται σφάλματα, ἢ ἔκφρασις καὶ ἐπεξεργασία τῶν ὁποίων ἀποτελεῖ ἀπαραίτητον συμπλήρωμα τῆς πειραματικῆς ἐργασίας καὶ συνιστᾷ εἰδικὸν κλάδον τῶν Ἐφαρμοσμένων Μαθηματικῶν. Ἐνταῦθα θὰ ἐξετάσωμεν στοιχειώδεις μόνον ἀόψεις τοῦ θέματος, ἐκ τῶν θεωρουμένων ὡς ἀπαραιτήτων δι' ἐν εἰσαγωγικὸν Μάθημα Γενικῆς Πειραματικῆς Χημείας.

Εἰς τὰς πειραματικῶς λαμβανομένας τιμὰς ὑπάρχει πάντοτε διασπορά, ἔστω καὶ ἐάν αὐταὶ λαμβάνωνται διὰ τοῦ αὐτοῦ ὀργάνου καὶ διὰ τῆς αὐτῆς διαδικασίας. Τὰ αἷτια τῆς διασπορᾶς περιλαμβάνουν ἀτελείας τῶν διαφόρων ὀργάνων, ἀδυναμίαν πλήρους ἐλέγχου τῶν ἐπηρεαζουσῶν τὴν μέτρησιν ἐξωτερικῶν συνθηκῶν, ἰδιορρυθμίας τοῦ ἐκτελοῦντος τὴν μέτρησιν κ.ο.κ.

Ὅσον μικροτέρα εἶναι ἡ διασπορά, τόσον καλύτερα λέγομεν ὅτι εἶναι ἡ ἀναπαράγωγιμότης τῶν μετρήσεων.

Ποσοτικῶς ἡ ἀναπαραγωγιμότης ἐκφράζεται διὰ διαφόρων τρόπων, εἰς ἐκ τῶν ἀπλουστέρων τῶν ὁποίων εἶναι διὰ τῆς μέσης ἀπολύτου ἀποκλίσεως. Ὑπολογισμὸς τῆς μέσης ἀπολύτου ἀποκλίσεως διὰ τὰς τιμὰς τεσσάρων ζυγίσεων τοῦ αὐτοῦ ἀντικειμένου, ἐκτελεσθείσας διὰ τοῦ αὐτοῦ ζυγοῦ, συνοφίζεται εἰς τὸν Πίνακα 1.

ΠΙΝΑΞ 1

Βάρος (g)	Απόκλισις εκ της μέσης τιμής (απόλυτος τιμή)
1,0242	0,0003
1,0247	0,0002
1,0240	0,0005
1,0251	0,0006
1,0245	0,0004

Δυνάμεθα να αναγράψωμεν το εύρεθέν βάρος ως $1,0245 \pm 0,0004g$.
 Το 0,0004 παριφτᾶ τὴν ἀβεβαιότητα εἰς τὴν μέτρησιν.

Εἰς, ἀκόμη ἀπλούστερος, τρόπος ἐκφράσεως τῆς ἀναπαραγωγιμότητος εἶναι νά ληφθῇ τὸ ἥμισυ τῆς διαφορᾶς μεταξὺ τῆς μεγίστης καί τῆς ἐλαχίστης μετρηθείσης τιμῆς, 0,00055, καί ἐν συνεχείᾳ νά ὑπολογισθῇ τὸ ποσοστὸν ἐπὶ τοῖς ἑκατόν τῆς μέσης τιμῆς, τὸ ὁποῖον ἀντιπροσωπεύει τὸ ἀριθμητικὸν αὐτὸ διάστημα:

$$\frac{0,00055}{1,0245} \times 100 = 0.054 \quad 0.054\%$$

ὁπότε λαμβάνομεν τὴν καλουμένην ἐκατοστιαίαν ἀβεβαιότητα.

Πλὴν τῆς ἀναπαραγωγιμότητος, ἐνδιαφέρει ἐπίσης καί ἡ ἀκρίβεια τῶν μετρήσεων, ἥτοι ἡ ἀπόκλισις τῆς μέσης τιμῆς σειρᾶς μετρήσεων ἐκ τῆς τιμῆς, τὴν ὁποίαν δεχόμεθα ὡς πραγματικὴν. Στοιχειωδῶς, ἡ ἀκρίβεια τῶν μετρήσεων δύναται νά ἐκφρασθῇ διὰ τοῦ ἀπλοῦ ἐπὶ τοῖς ἑκατόν σφάλαμα-τος:

$$\epsilon\% \equiv \frac{\alpha_{\text{πειρ.}} - \alpha_{\text{πραγμ.}}}{\alpha_{\text{πραγμ.}}} \times 100$$

$\alpha_{\text{πειρ.}}$

ὅπου $\alpha_{\text{πειρ.}}$ εἶναι ἡ πειραματικῶς προσδιορισθεῖσα (μέση) τιμὴ καί $\alpha_{\text{πραγμ.}}$ ἡ τιμὴ, τὴν ὁποίαν δεχόμεθα ὡς πραγματικὴν.

Σημαντικὰ ψηφία

Ἡ ἀβεβαιότης κατὰ τὰς μετρήσεις δύναται ἐπίσης νά ὑποδειχθῇ διὰ τῆς χρησιμοποίησεως τοῦ καταλλήλου ἀριθμοῦ σημαντικῶν ψηφίων κατὰ τὴν καταγραφὴν τῶν ἀποτελεσμάτων. Ὁ ἀριθμὸς τῶν ψηφίων, τὰ ὁποῖα χρησιμοποιοῦμεν διὰ νά δώσωμεν τὴν πειραματικῶς μετρηθεῖσαν τιμὴν ἐνὸς μεγέθους, δέν πρέπει νά ὑπερβαίῃ τὸν ἀριθμὸν τὸν δικαιολογούμενον ἐκ τοῦ πειραματικοῦ σφάλματος. Εἰς τὸ ἀνωτέρω παράδειγμα τῆς ζυγίσεως λ.χ., ἡ μέση τι-

η $1,0245$ περιέχει τέσσερα ψηφία - $1,024$ - τα όποια είναι βέβαια. Το πέμπτον είναι άβειαιον.

Τό $1,0245$, λέγομεν, ότι περιέχει πέντε σημαντικά ψηφία. Ο αριθμός τών σημαντικών ψηφίων ίσοῦται πρὸς τόν αριθμόν τών ψηφίων διά τὰ όποια εἴμεθα βέβαιοι, σύν ἔν επί πλέον ψηφίον, διά τό όποῖον ὑπάρχει άβειαιότης.

Όταν λοιπόν γράφωμεν τό άποτέλεσμα τῆς ζυγίσεως άπλῶς ὡς $1,0245$, χωρίς νά δίδωμεν τό μέτρον τῆς διασποράς (π.χ. $\pm 0,0004$), ἔννοοῦμεν, ότι τό τελευταῖον ἐκ τών ψηφίων είναι άβειαιον - χωρίς νά καθορίζωμεν ποσοτικῶς τήν άβειαιότητα ταύτην.

Ο αριθμός τών σημαντικῶν ψηφίων δέν ἔχει σχέσιν πρὸς τό μέγεθος τοῦ αριθμοῦ. Οἱ αριθμοί π.χ. $1,0245$, $10,245$, $102,45$, $1024,5$ καί 10245 ἔχουν ὅλοι τόν αὐτόν αριθμόν σημαντικῶν ψηφίων, ἥτοι πέντε. Τόν αὐτόν αριθμόν σημαντικῶν ψηφίων ἔχουν ἐπίσης καί οἱ αριθμοί $1,0245$, $0,10245$, $0,010245$, $0,0010245$ κ.ο.κ. Τά μηδέν, τά όποια δεικνύουν τό μέγεθος τοῦ αριθμοῦ, δέν συνυπολογίζονται εἰς τά σημαντικά ψηφία - σημειωτέον ὅμως, ότι τό μηδέν μεταξύ τών ψηφίων 1 καί 2 εἰς τό άνωτέρω παράδειγμα συνυπολογίζεται.

Ο αριθμός 1700 δύναται νά γραφῆ καί $1,7 \times 10^3$. Ὑπάρχει ὅμως διαφορά μεταξύ τών δύο αὐτῶν τρόπων γραφῆς. Όταν γράφωμεν 1700 ἔννοοῦμεν, ότι ὑπάρχει άβειαιότης εἰς τό τελευταῖον ψηφίον, ἥτοι εἰς τὰς μονάδας. Όταν ἐξ άλλου γράφωμεν $1,7 \times 10^3$, ἔννοοῦμεν, ότι ὑπάρχει άβειαιότης εἰς τό ψηφίον 7 , ἥτοι εἰς τὰς ἑκατοντάδας. Εἰς τήν δευτέραν περίπτωσιν ἡ ὑπονοουμένη άβειαιότης είναι πολύ μεγαλύτερα.

Κατά τήν πρόσθεσιν δύο ἢ περισσοτέρων πειραματικῶν τιμῶν ἡ άβειαιότης τοῦ άθροίσματος ίσοῦται πρὸς τό άθροισμα τών άβειαιότητων τών προσθετέων. Ἄς ὑποτεθῆ π.χ., ότι μετῶμεν τόν ὄγκον δύο ποσοτήτων ὑγροῦ, χρησιμοποιοῦντες δύο διαφόρους ὄγκομετρικούς κυλίνδρους, ἔστω δέ, ότι εὑρίσκομεν:

$10,25$ ml διά τόν ἕνα ἐκ τών ὄγκων, μετρηθέντα δι' ὄγκομετρικοῦ κυλίνδρου φέροντος ὑποδιαίρέσεις $0,1$ ml. Τό τελευταῖον ψηφίον είναι άβειαιον, ἐκτιμηθέν ἐκ τῆς θέσεως τοῦ μηνίσκου μεταξύ δύο ὑποδιαίρέσεων.

$45,3$ ml διά τόν ὄγκον τοῦ ἑτέρου δείγματος, μετρηθέντα δι' ὄγκομετρικοῦ κυλίνδρου φέροντος ὑποδιαίρέσεις 1 ml. Τό τελευταῖον ψηφίον είναι καί πάλιν άβειαιον.

Τό άθροισμα τών ὄγκων είναι $55,55$ ml. Ἐπειδή ὅμως ὁ εἰς ἐκ τών ὄγκων ἐμετρήθη μόνον μέ ακρίβειαν δεκάτου τοῦ ml, δέν ἔχει νόημα νά γράφωμεν τό δεύτερον δεκαδικόν ψηφίον διά τό άθροισμα, τό όποῖον δίδομεν άπλῶς ὡς $55,5$ ml. Ἐφ' ὅσον ἡ άβειαιότης προστίθεται, δέν δύναται βεβαίως νά είναι μικροτέρα τῆς άβειαιότητος τοῦ ἑνός τών προσθετέων. Ἀνάλογος κανών ίσχύει καί διά τήν ἀφαίρεσιν.

Ἡ ἄνωτέρω περίπτωσις παραλείφει τοῦ δευτέρου δεκαδικοῦ ψηφίου εἰς τὸν ἀριθμὸν 55,55 εἶναι παράδειγμα "σ τ ρ ο γ γ υ λ ε ὑ μ α τ ο ς" ἑνὸς ἀριθμοῦ. Γενικῶς κατὰ τοὺς ὑπολογισμοὺς προκύπτουν συνήθως ἀριθμοὶ ἔχοντες περισσότερα ψηφία ἐκ τῶν δικαιολογούμενων ὑπὸ τῆς πειραματικῆς ἀβεβαιότητος. Τὰ ἀβέβαια ταῦτα ψηφία - πλὴν ἑνὸς - παραλείπονται.

Κατὰ τὸν πολλαπλασιασμὸν ἢ διαίρεσιν, τὸ γινόμενον ἢ πηλίκον, ἀντιστοίχως, δέν δύναται νὰ ἔχη ὀλιγωτέραν ἀβεβαιότητα ἐκείνης ἐκάστου ἐκ τῶν παραγόντων κεχωρισμένως. Ἐστὼ, ἐπὶ παραδείγματι, ὅτι θεωροῦμεν τὸ γινόμενον

$$22,5 \times 75 = 1687,5$$

Ὁ ἀριθμὸς 75 ἔχει ἀβεβαιότητα τῆς τάξεως τῆς μονάδος, ἐνῶ ὁ ἀριθμὸς 22,5 ἔχει ἀβεβαιότητα τῆς τάξεως τοῦ δεκάτου τῆς μονάδος - τὸ τελευταῖον σημαντικὸν ψηφίον εἰς ἐκάστην περίπτωσιν. Συγκεκριμένως, ἡ ἐπὶ τοῖς ἑκατὸν ἀβεβαιότης τοῦ 75 εἶναι μεγαλύτερα τοῦ $\frac{1}{75} \times 100 = 1,3\%$. Τὸ 1,3% ἐπομένως εἶναι ἐπίσης καὶ τὸ κατώτερον ὄριον εἰς τὴν ἀβεβαιότητα τοῦ γινομένου. Συνάγεται, ὅτι τὸ γινόμενον δέν πρέπει νὰ δοθῇ ὡς 1687,5, διότι τότε ὑπονοεῖται ὀλιγωτέρα τοῦ 1,3% ἀβεβαιότης. Θὰ πρέπει μᾶλλον νὰ δοθῇ "στρογγυλευμένον" ὡς $1,69 \times 10^3$ τὸ ὅποσον μὲ ἀβεβαιότητα 1,3% εἶναι τὸ αὐτὸ πρὸς τὸ $1,6875 \times 10^3$.

ΑΣΚΗΣΗ 1

Διαλύματα (Παρασκευή, Ιδιότητες, Προσδιορισμός Πυκνότητας)

Διαλύματα

Οι περισσότερες χημικές αντιδράσεις στη φύση γίνονται σε διαλύματα. Χαρακτηριστικά γνωρίσματα των διαλυμάτων είναι η ομοιογένεια και η μεταβλητότητα στη σύστασή τους.

Το συστατικό του ομογενούς μίγματος που βρίσκεται σε μεγαλύτερη αναλογία θεωρείται συνήθως ως διαλύτης και τα υπόλοιπα συστατικά είναι οι διαλυμένες ουσίες.

Ως «συγκέντρωση» ενός διαλύματος ορίζεται η ποσότητα της διαλυμένης ουσίας που υπάρχει σε ορισμένη ποσότητα διαλύματος ή διαλύτη. Η συγκέντρωση εκφράζεται:

Είτε με φυσικές μονάδες δηλαδή μονάδες βάρους και όγκου είτε με χημικές μονάδες δηλαδή τα γραμμοτυπικά βάρη, τα γραμμομόρια (moles) και τα γραμμοϊσοδύναμα.

Κατηγορίες:

- Περιεκτικότητα επί τοις εκατό σε «βάρος κατά βάρος» ή απλώς «κατά βάρος» (% w/w)
- Περιεκτικότητα επί τοις εκατό σε «βάρος κατ' όγκο» (% w/v)
- Περιεκτικότητα επί τοις εκατό σε «όγκο κατ' όγκο» (% v/v)
- Περιεκτικότητα επί τοις εκατό σε «όγκο κατά βάρος» (% v/w)
- Μοριακή συγκέντρωση κατ' όγκο (Molarity) M
- Τυπικότητα (Formality) F
- Μοριακή συγκέντρωση κατά βάρος (Molality) m
- Κανονική συγκέντρωση ή κανονικότητα (Normality) N
- Συγκέντρωση σε μοριακά κλάσματα ή γραμμομοριακά κλάσματα X_i

Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Στερεά</u> KNO_3 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Στήριγμα – Δακτύλιος Υαλος ωρολογίου Σπάτουλα Ποτήρια ζέσεως Γυάλινο χωνί Ράβδος ανάδευσης Σιφώνιο με πουάρ ή προχοϊδα Ογκομετρική φιάλη Ηλεκτρονικός ζυγός

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Παρασκευή 100,0 mL διαλύματος KNO_3 0,05 M από στερεό KNO_3 και $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,02 από στερεό $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Υπολογίζεται η ποσότητα στερεού KNO_3 και $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ που απαιτείται για την παρασκευή 100,0 mL αντίστοιχου διαλύματος. Ζυγίζεται σε ποτήρι ζέσης των 300 mL η ποσότητα αυτή και διαλύεται σε μικρή ποσότητα απιοντισμένου H_2O . Στη συνέχεια μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 mL, με τη βοήθεια υάλινης ράβδου. Το ποτήρι ζέσης ξεπλένεται τρεις φορές με απιοντισμένο νερό. Τα νερά πλύσης μεταφέρονται στην ογκομετρική φιάλη και αυτή συμπληρώνεται προσεκτικά με απιοντισμένο νερό μέχρι τη χαραγή. Η φιάλη πωματίζεται και ανακινείται μέχρι να διαλυθεί τελείως η ποσότητα των στερεών, έτσι ώστε το διάλυμα να γίνει ομογενές.

ΠΕΙΡΑΜΑ 2

Παρασκευή 100,0 mL διαλύματος HCl 0,1 M ή CH_3COOH 0,022 M

Υπολογίζεται ο όγκος HCl 1 M ή CH_3COOH 0,22 M που απαιτείται για την παρασκευή HCl 0,1 M ή CH_3COOH 0,022 M. Με τη βοήθεια προχοϊδας μεταφέρεται ο αντίστοιχος όγκος του υγρού σε ογκομετρική φιάλη 100 mL και συμπληρώνεται προσεκτικά μέχρι τη χαραγή. Στη συνέχεια η φιάλη πωματίζεται και ανακινείται καλά μέχρι το διάλυμα να γίνει ομογενές.

ΣΤΑΤΙΣΤΙΚΗ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΙΚΩΝ ΠΑΡΑΣΤΑΣΕΩΝ – ΜΕΘΟΔΟΣ ΕΛΑΧΙΣΤΩΝ ΤΕΤΡΑΓΩΝΩΝ

Στη Χημεία πολλές φορές πρέπει να γνωρίζουμε τη σχέση που συνδέει τις μεταβλητές y και x ώστε να μπορεί να σχεδιαστεί η καμπύλη αναφοράς. Η σχέση αυτή βρίσκεται με σειρά μετρήσεων. Γενικά, για την εύρεση της σχέσεως μετράται ποσότητα δείγματος (ανεξάρτητη μεταβλητή x) και μετά την κατάλληλη κατεργασία του, που μπορεί να περιλαμβάνει και χημικές αντιδράσεις, μετράται η παράμετρος y (εξαρτημένη μεταβλητή), οπότε έχουμε τη σχέση:

$$y = f(x) \quad [1]$$

Στην πράξη η σχέση αυτή είναι συνήθως γραμμική οπότε η σχέση [1] γίνεται:

$$y = ax + \beta \quad [2]$$

όπου a είναι η κλίση της ευθείας και β είναι η τομή της ευθείας με τον άξονα των y (δηλαδή η τιμή του y για $x=0$).

Για την αντικειμενική χάραξη της καλύτερης ευθείας συνήθως εφαρμόζεται η μέθοδος των ελαχίστων τετραγώνων που βασίζεται στην αρχή ότι η καλύτερη ευθεία είναι εκείνη για την οποία το άθροισμα των τετραγώνων των αποκλίσεων είναι ελάχιστο.

Για την περίπτωση της εξίσωσης [2] το άθροισμα αυτό S είναι:

$$S = \sum_{i=1}^N (ax_i + \beta - y_i)^2 \quad [3]$$

Με τη βοήθεια του διαφορικού λογισμού βρίσκεται ότι για την εξίσωση [3] ισχύει:

$$a = \frac{N \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{N \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad [4]$$

$$\beta = \frac{\sum x_i^2 \sum y_i - \sum x_i \sum x_i y_i}{N \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad [5]$$

Με βάση τις υπολογισθείσες τιμές των συντελεστών a και β χαράζεται ευθεία γνωστή ως ευθεία παλινδρομήσεως (regression line) που παρέχει την άριστη γραμμική προσαρμογή των σημείων. Το «μέτρο» της καλής προσαρμογής μεταξύ των δύο μεταβλητών x και y δίνεται από το συντελεστή συσχέτισεως (correlation coefficient) r , που παρέχεται από τη σχέση:

$$r = \frac{N \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{\sqrt{[N \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2][N \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2]}} \quad [6]$$

Η προσαρμογή είναι τόσο καλύτερη όσο πλησιέστερα προς τη μονάδα βρίσκεται η τιμή του r .

Μια καμπύλη αναφοράς θεωρείται ικανοποιητική για τιμές $0,95 < |r| < 0,99$, ενώ τιμές $|r| > 0,99$ υποδηλώνουν πολύ καλή γραμμικότητα.

ΠΙΝΑΚΑΣ ΔΕΔΟΜΕΝΩΝ ΓΙΑ ΤΟΝ ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΟΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ

i	m_i	V_i	m_i^2	V_i^2	$m_i V_i$
1					
2					
3					
4					
5					
6					
$N=$	$\sum m_i =$	$\sum V_i =$	$\sum m_i^2 =$	$\sum V_i^2 =$	$\sum m_i V_i =$

ΠΕΙΡΑΜΑ 3

Υπολογισμός της πυκνότητας

1. Ζυγίζετε σε ηλεκτρονικό ζυγό ογκομετρικό κύλινδρο των 50 mL.
2. Στη συνέχεια προσθέστε σε αυτόν 10 mL ενός εκ των διαλυμάτων που παρασκευάσατε (ορίζεται από τον επιβλέποντα).
3. Ζυγίζετε εκ νέου τον ογκομετρικό κύλινδρο που περιέχει το διάλυμα.
4. Επαναλαμβάνετε τα βήματα 2 και 3 για τέσσερις επί πλέον φορές, προσθέτοντας κάθε φορά 10 mL από το διάλυμά σας.
5. Συμπληρώνετε με τις τιμές που βρήκατε τον ανωτέρω πίνακα.

Ερωτήσεις:

1. Ποια η πυκνότητα του διαλύματός σας;
2. Πως σχολιάζετε τα αποτελέσματά σας και ποιες οι πιθανές πηγές σφαλμάτων;

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- Πρακτικά Ανόργανης Χημείας
Δ. Κατάκη – Οργανισμός Εκδόσεων Διδακτικών Βιβλίων
- Εργαστηριακές ασκήσεις Γενικής και Ανόργανης Χημείας
Ι. Μαρκόπουλος, Χ. Μητσοπούλου, Α. Καραλιώτα, Κ. Μεθενίτης, Μ. Παπαρρηγοπούλου, Δ. Σταμπάκη, Ν. Ψαρουδάκης, Γ. Καλατζής, Π. Κυρίτσης – Εκδόσεις Σταμούλη
- Εργαστηριακοί υπολογισμοί στις Βιολογικές Επιστήμες
Lisa A. Seidman – Pearson/Benjamin Lummings Για την Ελληνική γλώσσα εκδοτικός οίκος Ακαδημαϊκές εκδόσεις

ΑΣΚΗΣΗ 2

Ποιοτική Μελέτη Χημικής Ισορροπίας

Πειραματικό μέρος

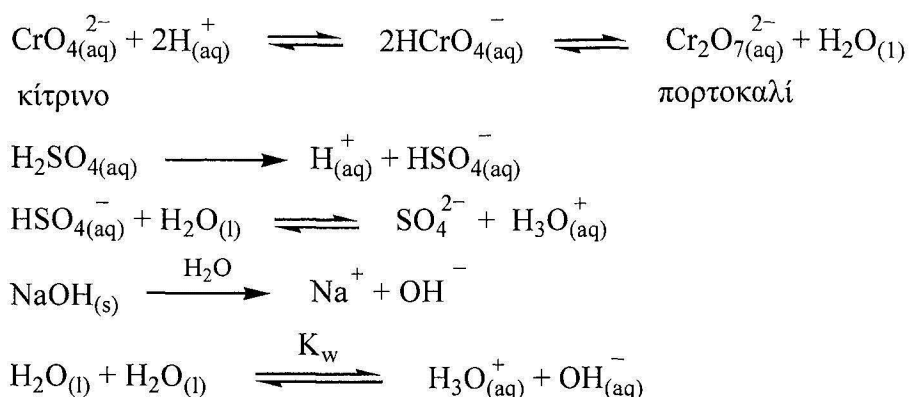
Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Στερεά</u> NH_4Cl CH_3COONa NaCl	Δοκιμαστικοί σωλήνες (7) Ποτήρια ζέσεως Σταγονόμετρο Ράβδος ανάδευσης Ογκομετρικός κύλινδρος 10 mL
<u>Διαλύματα</u> $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 M NH_3 6 M K_2CrO_4 0.1 M H_2SO_4 3 M NaOH 3 M CH_3COOH 0.1 M	Σιφώνιο με πουάρ Τρίποδας – Πλέγμα Στήριγμα – Λαβίδα Λύχνος Bunsen
<u>Δείκτης</u> Ηλιανθίνη	

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Ισορροπία χρωμικών-διχρωμικών

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται 3 mL υδατικού διαλύματος K_2CrO_4 0,1 M και υπό ανάδευση λίγες σταγόνες υδατικού διαλύματος H_2SO_4 3 M, έως ότου παρατηρήσετε αλλαγή στο χρώμα του διαλύματος.
2. Μετά την αλλαγή του χρώματος προστίθενται λίγες σταγόνες υδατικού διαλύματος NaOH 6 M, έως ότου παρατηρείται νέα μεταβολή στο χρώμα.
3. Τέλος, προστίθενται εκ νέου σταγόνες H_2SO_4 3 M, μέχρι να αλλάξει το χρώμα του διαλύματος.

Καθόλη τη διάρκεια της πειραματικής διεργασίας συγκρατείτε το δοκιμαστικό σωλήνα έτσι ώστε να μπορείτε να παρατηρήσετε τυχόν αλλαγές στη θερμοκρασία του διαλύματος.



ΠΕΙΡΑΜΑ 2

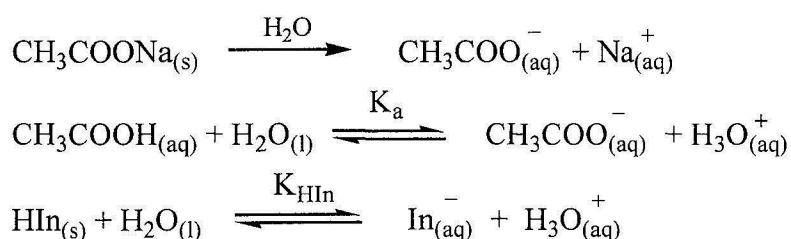
Μελέτη της επίδρασης κοινού ιόντος στην ισορροπία διάστασης οξικού οξέος

1. Σε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθεται ορισμένος όγκος (π.χ. 3 mL) υδατικού διαλύματος CH_3COOH 0,1 M και δυο σταγόνες διαλύματος δείκτη ηλιανθίνης. Σημειώνεται το χρώμα του διαλύματος.
2. Στη συνέχεια προστίθεται σταδιακά στερεό CH_3COONa με ανάδευση, μέχρις ότου παρατηρηθεί αλλαγή στο χρώμα του διαλύματος. Σημειώνεται το χρώμα του διαλύματος.

Ηλιανθίνη (πορτοκαλόχρουν του μεθυλίου)

$$pK_{\text{HIn}} = 3,5$$

Περιοχή pH αλλαγής χρώματος: 3,2 – 4,4

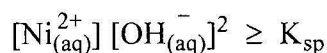
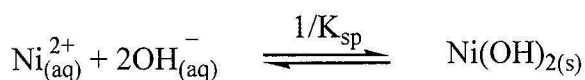
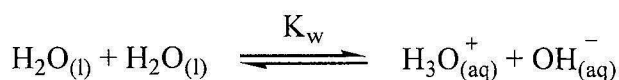
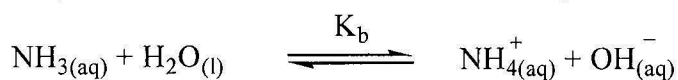
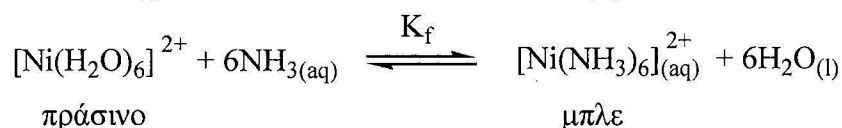


ΠΕΙΡΑΜΑ 3

Μελέτη παραγόντων που επηρεάζουν τη θέση ισορροπίας σχηματισμού του συμπλόκου $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ σε υδατικό διάλυμα

1. Λαμβάνονται 4 δοκιμαστικοί σωλήνες, αριθμούνται και εισάγονται σε καθένα από αυτούς 3 mL διαλύματος $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 0,1 M.
2. Στους τρεις πρώτους προστίθενται 3 mL διαλύματος NH_3 6 M και στον τέταρτο 3 mL H_2O . Τα διαλύματα που προκύπτουν αναδεύονται καλά.

- Επειδή οι παρατηρήσεις είναι «ποιοτικές», μπορεί να χρησιμοποιηθούν γενικά ίσοι όγκοι διαλυμάτων $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ και NH_3 .
 - Ο σωλήνας 4 χρησιμεύει ως διάλυμα αναφοράς (τυφλό).
3. Ο δοκιμαστικός σωλήνας 1: θερμαίνεται σε υδρόλουτρο μέχρι βρασμού.
 4. Στο δοκιμαστικό σωλήνα 2: προστίθεται σιγά-σιγά (σταγόνα-σταγόνα) και με ανάδευση πυκνό διάλυμα NaOH .
 5. Στο δοκιμαστικό σωλήνα 3 προστίθεται λίγο-λίγο στερεό NH_4Cl .



(Συνθήκη καταβύθισης υδροξειδίου του νικελίου)



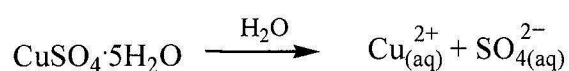
$$K_f [\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+} = 1,7 \times 10^8$$

$$K_{sp} \text{Ni}(\text{OH})_2 = 1,6 \times 10^{-16}$$

ΠΕΙΡΑΜΑ 4

Μελέτη της ισορροπίας σχηματισμού συμπλόκου Cu^{2+} με Cl^- σε υδατικό διάλυμα

1. Σε ένα δοκιμαστικό σωλήνα τοποθετούνται 2–3 mL υδατικού διαλύματος $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 M. Σημειώνεται το χρώμα του διαλύματος.
2. Ακολούθως προστίθεται μικρή ποσότητα στερεού NaCl με τη βοήθεια της σπάτουλας και το μείγμα ανακατεύεται καλά.
3. Το μείγμα θερμαίνεται σε υδρόλουτρο και αποκτά πράσινο λαμπερό χρώμα.
4. Το μείγμα ψύχεται και επανεμφανίζεται το αρχικό μπλε χρώμα.



2/a

ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ

ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΕΙΣ

3^η Εργαστηριακή Άσκηση

Διαλυτότητα των αλάτων στο νερό

<u>Αντιδραστήρια</u>	<u>Όργανα – Συσκευές</u>
<u>Στερεό</u> KNO ₃	Ηλεκτρονικός ζυγός Λύχνος Bunsen Τρίποδας – Πλέγμα Στήριγμα – Λαβίδα Ύαλος ωρολογίου Σπάτουλα Ποτήρια ζέσεως 500 mL Δοκιμαστικός σωλήνας Pyrex Αναδευτήρας (χάλκινο σύρμα) Θερμόμετρο Σιφώνιο με πουάρ ή προχοΐδα

Πειραματικό μέρος

Μελέτη εξάρτησης της διαλυτότητας KNO₃ σε H₂O από τη θερμοκρασία

Η παρακάτω περιγραφή αναφέρεται σε άλας το οποίο διαλυόμενο σε νερό απορροφά θερμότητα. Στην περίπτωση κατά την οποία το άλας διαλυόμενο σε νερό εκλύει θερμότητα, πρέπει να γίνει η αναγκαία προσαρμογή της πειραματικής διαδικασίας.

1. Τοποθετήστε σε δοκιμαστικό σωλήνα περίπου 10 mL απιοντισμένο νερό, κρατώντας το δοκιμαστικό σωλήνα στο χέρι σας, με τρόπο που να μπορείτε να διαπιστώσετε τη θερμοκρασία του νερού. Ακολούθως προσθέστε με τη βοήθεια της σπάτουλας ποσότητα KNO₃ του οποίου τη διαλυτότητα θα μελετήσετε. Καταγράψτε αν το νερό στο σωλήνα θερμαίνεται ή ψύχεται (έκλυση ή απορρόφηση θερμότητας)
2. Σε τελείως στεγνό δοκιμαστικό σωλήνα Pyrex προστίθενται 5g KNO₃, ακολούθως προστίθενται 2,5mL απιοντισμένου νερού με σιφώνιο ή προχοΐδα. Τοποθετείται στο σωλήνα το θερμόμετρο και ο χάλκινος αναδευτήρας.
3. Ο δοκιμαστικός σωλήνας θερμαίνεται στο υδρόλουτρο, αργά και προσεκτικά υπό συνεχή ανάδευση, μέχρις ότου το διάλυμα γίνει διαυγές και δεν έχουν απομείνει κρύσταλλοι άλατος στον πυθμένα του δοκιμαστικού σωλήνα.

Τόσο κατά την ανάμειξη όσο και κατά τη θέρμανση πρέπει να αποφευχθούν απώλειες άλατος ή διαλύτη, για να μείνει αναλλοίωτη η σύσταση του μείγματος.

4. Ο δοκιμαστικός σωλήνας, όταν το διάλυμα γίνει τελείως διαυγές, απομακρύνεται από το υδρόλουτρο **προσεκτικά** και αφήνεται να ψυχθεί υπό αργή συνεχή ανάδευση.

ΑΣΚΗΣΗ 4

pH – Ρυθμιστικά Διαλύματα – pK_a

Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Διαλύματα</u>	Κωνικές φιάλες
HCl 0,1 M	Δοκιμαστικοί σωλήνες
NaOH 0,1 M	Ποτήρια ζέσεως
KOH 0,1 M	Ογκομετρικός κύλινδρος
CH ₃ COOH 0,1 M	Σιφώνιο με πουάρ
NH ₃ 0,1 M	Προχοΐδα
CH ₃ COONa 0,1M	Πεχάμετρο
NH ₄ Cl 0,1 M	
NaCl 0,1 M	
CH ₃ COONH ₄ 0,1 M	
Κλίμακα pH 1-14	
<u>Δείκτης</u>	
Φαινολοφθαλεΐνη	

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Ογκομέτρηση για τον ακριβή προσδιορισμό της συγκέντρωσης υδατικού διαλύματος NaOH με πρότυπο διάλυμα HCl

1. Δίδεται ογκομετρική φιάλη 100 mL στην οποία υπάρχει άγνωστη ποσότητα διαλύματος NaOH. Το άγνωστο δείγμα αραιώνεται με απιοντισμένο νερό μέχρι τη χαραγή.
2. Σε κωνική φιάλη των 250 mL προστίθενται με σιφώνιο/πουάρ 10 mL από το άγνωστο δείγμα. Προστίθενται επίσης στο διάλυμα της βάσης δύο σταγόνες δείκτη φαινολοφθαλεΐνης. Για την εκτέλεση της ογκομέτρησης γεμίζεται προχοΐδα των 25 mL με πρότυπο διάλυμα HCl 0,100 M.
3. Προστίθεται αργά στην κωνική φιάλη το διάλυμα του οξέος από την προχοΐδα, με ταυτόχρονη ανάδευση. Καθόλη τη διάρκεια της

ογκομέτρησης πρέπει να αποφευχθεί η εκτίναξη σταγονιδίων, καθώς και προσκόλληση των σταγονιδίων στα τοιχώματα της κωνικής φιάλης. Επίσης, πρέπει να τοποθετηθεί λευκό χαρτί κάτω από την κωνική για ευκολότερη παρατήρηση της αλλαγής χρώματος. Η προσθήκη του οξέος συνεχίζεται, μέχρι μια σταγόνα να προκαλέσει τον αποχρωματισμό του διαλύματος. Σημειώνεται ο όγκος του διαλύματος του οξέος που καταναλώθηκε.

4. Η ογκομέτρηση επαναλαμβάνεται όπως περιγράφεται στο στάδιο 3. Κατά την επανάληψη είναι ήδη γνωστός με αρκετή ακρίβεια ο απαιτούμενος όγκος διαλύματος οξέος. Όταν λοιπόν προσεγγίζεται το τελικό σημείο (το πειραματικά ευρισκόμενο ισοδύναμο σημείο), το πρότυπο διάλυμα προστίθεται πάρα πολύ αργά (στάγδην), ώστε ο προσδιορισμός του να γίνει με ακόμα μεγαλύτερη ακρίβεια.
5. Πραγματοποιούνται συνολικά τρεις ογκομετρήσεις.
6. Μετά το τέλος του πειράματος, η προχοΐδα πλένεται καλά.

ΠΕΙΡΑΜΑ 2

Μέτρηση pH υδατικών διαλυμάτων οξέων, βάσεων και αλάτων

1. 10 mL (περίπου) από τα υδατικά διαλύματα 0,1 M των αλάτων α) CH_3COONa , β) NH_4Cl και γ) $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ τοποθετούνται σε 4 δοκιμαστικούς σωλήνες και μετράται το pH των διαλυμάτων με τη χρησιμοποίηση κλίμακας γενικού δείκτη αφενός και με πεχάμετρο αφετέρου.

όγκος διαλ. NaOH	όγκος HCl 0,1M

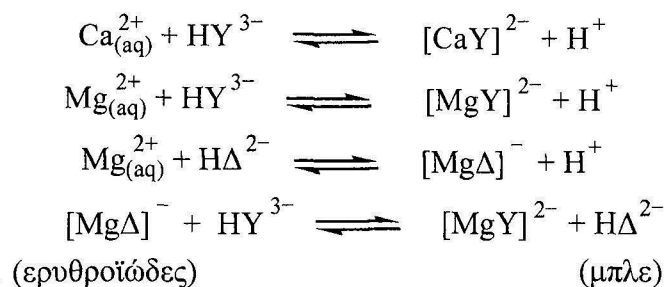
	Χρωματομετρική Κλίμακα pH	Ένδειξη Πεχάμετρου
CH_3COONa 0,1M		
NH_4Cl 0,1M		
$\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 0,1M		

ΑΣΚΗΣΗ 5

Συμπλοκομετρία – Σκληρότητα νερού

Η ολική σκληρότητα σε δείγμα H_2O προσδιορίζεται με τη μέθοδο της συμπλοκομετρίας. Τα ιόντα Ca^{2+} και Mg^{2+} που υπάρχουν στο δείγμα ογκομετρούνται με πρότυπο διάλυμα του χηλικού υποκαταστάτη αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος (EDTA ή H_4Y). Ως δείκτης χρησιμοποιείται το μέλαν εριόχρωμα T (EBT ή $H_3\Delta$). Η ογκομέτρηση πραγματοποιείται σε αλκαλικό περιβάλλον ($pH = 9-10$).

Κατά τη διάρκεια της ογκομέτρησης λαμβάνουν χώρα οι εξής αντιδράσεις:



ΠΡΟΣΟΧΗ: Οι φοιτητές θα πρέπει να φέρουν ένα δείγμα H_2O (π.χ. εμφιαλωμένο νερό) προκειμένου να μετρήσουν σε αυτό τη σκληρότητα ύδατος.

Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Διαλύματα</u> EDTA 0,01 M Ρυθμιστικό Διάλυμα NH_3/NH_4Cl ($pH=10$)	Κωνικές φιάλες Προχοΐδα Ογκομετρικός κύλινδρος Στήριγμα – Λαβίδα
<u>Δείκτης</u> Μέλαν Εριόχρωμα T (EBT)	

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Προσδιορισμός σκληρότητας ύδατος

1. Σε κωνική φιάλη των 250 mL προστίθενται με τη βοήθεια σιφωνίου 25,00 mL δείγματος από το προς εξέταση δείγμα H₂O.
2. Κατόπιν προστίθενται περίπου 3 mL από το ρυθμιστικό διάλυμα με τη βοήθεια ογκομετρικού κυλίνδρου, καθώς και 3-4 σταγόνες από το διάλυμα του δείκτη EBT. Το διάλυμα αποκτά ερυθροϊώδες χρώμα λόγω του σχηματισμού του συμπλόκου του Mg²⁺ με το δείκτη.
3. Στην προχοΐδα προστίθεται το πρότυπο διάλυμα του EDTA.
4. Το τελικό σημείο της ογκομέτρησης γίνεται αντιληπτό με την αλλαγή του χρώματος του διαλύματος από ερυθροϊώδες σε μπλε.
5. Πραγματοποιούνται τουλάχιστον τρεις ογκομετρήσεις και λαμβάνεται μέσος όρος των τιμών.

Αν V (mL) ο όγκος του προτύπου διαλύματος EDTA ο οποίος καταναλώνεται μέχρι το τελικό σημείο της ογκομέτρησης, και C η συγκέντρωση του προτύπου διαλύματος EDTA εκφρασμένη σε μάζα (mg) CaCO₃ που είναι ισοδύναμη με 1 mL διαλύματος EDTA, τότε η σκληρότητα του H₂O μετρημένη σε γαλλικούς βαθμούς (F°) δίνεται από τη σχέση:

$$\text{Σκληρότητα (F}^\circ\text{)} = 4CV$$

Όγκος H ₂ O	Όγκος EDTA

ΑΣΚΗΣΗ 6

Θερμοχημεία

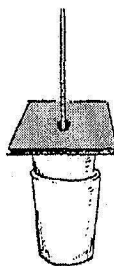
Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Διαλύματα</u>	Ποτήρια ζέσεως
HCl 1,0 M	Θερμόμετρα (2)
CH ₃ COOH 1,0 M	Σιφώνιο με πουάρ
NaOH 1,0 M	Προχοίδα
	Ογκομετρικός κύλινδρος
	Εργαστηριακό θερμιδόμετρο αποτελούμενο από δύο ποτήρια πολυστερενίου και κομμάτια πολυαιθυλενίου

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Προσδιορισμός του $m_{\text{ισοθ}}$

1. Συναρμολογείται το εργαστηριακό «θερμιδόμετρο» τοποθετώντας τα δύο ποτήρια πολυστερενίου το ένα μέσα στο άλλο. Ως κάλυμμα χρησιμοποιείται το κομμάτι από φελιζόλ που φέρει στο μέσον οπή κατάλληλη ώστε να διέρχεται και να προσαρμόζεται το θερμόμετρο (Σχήμα 1).

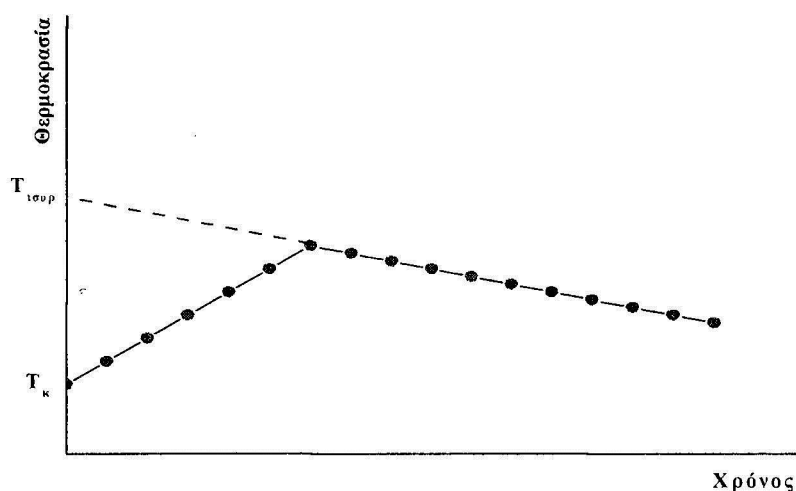


Σχήμα 1. Εργαστηριακό «θερμιδόμετρο»

2. Σε ποτήρι ζέσης προστίθενται 60 mL νερό και το ποτήρι τοποθετείται σε παγόνερο, ώστε η θερμοκρασία να εμπίπτει στο εύρος 5–10°C.

Λαμβάνονται με ογκομετρικό κύλινδρο, 50 mL από αυτό το κρύο νερό και μεταφέρονται στο θερμοδόμετρο και αμέσως τοποθετούνται το κάλυμμα και το θερμόμετρο.

3. Σε άλλο ποτήρι ζέσης θερμαίνονται 60 mL νερό στους 30–40°C. Λαμβάνονται με ογκομετρικό κύλινδρο 50 mL από αυτό το ζεστό νερό (η θερμοκρασία μετράται μέσα στον κύλινδρο, με το δεύτερο θερμόμετρο).
4. Καταγράφονται οι θερμοκρασίες του ζεστού νερού (T_z) και του κρύου νερού (T_k). Μεταφέρεται το ζεστό νερό μέσα στο θερμοδόμετρο και καταγράφεται η θερμοκρασία του μίγματος κρύου και ζεστού νερού ανά 10 s μέχρις ότου παρατηρηθεί πτώση της θερμοκρασίας (απαιτούνται περίπου 3 min). Η γραφική παράσταση της θερμοκρασίας του νερού μέσα στο θερμοδόμετρο έχει τη μορφή που φαίνεται στο Σχήμα 2:



Σχήμα 2. Γραφική παράσταση της θερμοκρασίας (T) συναρτήσει του χρόνου (t)

5. Από το διάγραμμα βρίσκεται με προεκβολή, το σημείο της θερμικής ισορροπίας ($T_{ισορ}$).
6. Ο υπολογισμός του $m_{ισοδ}$ στηρίζεται στο σκεπτικό ότι η θερμότητα του ζεστού νερού (ΔH_z) καταναλώθηκε για να μεταβληθεί η θερμοκρασία του κρύου νερού και του θερμοδομέτρου:

$$\Delta H_z = m_z c (T_z - T_{ισορ}) = m_k c (T_{ισορ} - T_k) + m_{ισοδ} (T_{ισορ} - T_k)$$

όπου: m_z : η μάζα του ζεστού νερού
 m_k : η μάζα του κρύου νερού
 c : η ειδική θερμότητα του νερού (ή του διαλύματος) που περιέχεται στο θερμιδόμετρο ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$ είτε σε $cal.g^{-1}\ deg^{-1}$)
Στην παραπάνω εξίσωση ο μόνος άγνωστος είναι το $m_{ισοδ}$.

ΠΕΙΡΑΜΑ 2

Μέτρηση της θερμότητας εξουδετέρωσης ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση

1. Τοποθετούνται στο «θερμιδόμετρο» του προηγούμενου πειράματος (από το οποίο έχει προηγουμένως απομακρυνθεί το νερό) 20 mL υδατικού διαλύματος HCl 1,0 M μετρημένα με προχοϊδα. Τοποθετείται ένα θερμόμετρο μέσα στο διάλυμα και μετράται η θερμοκρασία του διαλύματος του οξέος.
2. Σε ποτήρι ζέσεως τοποθετούνται 20 mL διαλύματος NaOH 1,0 M μετρημένα με τη μεγαλύτερη δυνατή ακρίβεια. Τοποθετείται το δεύτερο θερμόμετρο μέσα στο διάλυμα και μετράται η θερμοκρασία του διαλύματος της βάσης.
3. **Όταν οι θερμοκρασίες ($T_{αρχ}$) του οξέος και της βάσης εξισωθούν**, μεταφέρεται το διάλυμα της βάσης στο θερμιδόμετρο και καταγράφονται οι παρατηρούμενες θερμοκρασίες, ανά 10 s επί 3 min περίπου. Η τελική θερμοκρασία του διαλύματος ($T_{τελ}$) προσδιορίζεται με προεκβολή από ανάλογο διάγραμμα θερμοκρασίας – χρόνου, όπως αναφέρθηκε παραπάνω. Η θερμότητα ΔH που εκλύεται ή απορροφάται κατά τη διάρκεια μιας αντίδρασης υπολογίζεται από την παρακάτω εξίσωση:

$$\Delta H = mc(T_{τελ} - T_{αρχ}) + m_{ισοδ}(T_{τελ} - T_{αρχ})$$

όπου: m : η μάζα του διαλύματος που περιέχεται στο θερμιδόμετρο

ΠΕΙΡΑΜΑ 3

Μέτρηση της θερμότητας εξουδετέρωσης ασθενούς οξέος από ισχυρή βάση

1. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία του πειράματος 2 χρησιμοποιώντας αυτή τη φορά 20 mL υδατικού διαλύματος CH_3COOH 1,0 M και 20 mL διαλύματος NaOH 1,0 M.

ΠΕΙΡΑΜΑ I	
Θερμοκρασία ζεστού νερών T_z	
Θερμοκρασία κρύου νερών T_k	
Θερμοκρασία Τερεοπίας $T_{\text{τερε}}$	

ΠΕΙΡΑΜΑ II	
Θερμοκρασία οξέος HCl 1M	
Θερμοκρασία βάσης NaOH 1M	
Τελική θερμοκρασία $T_{\text{τε}}$	

ΠΕΙΡΑΜΑ III	
Θερμοκρασία οξέος CH_3COOH 1M	
Θερμοκρασία βάσης NaOH 1M	
Τελική θερμοκρασία $T_{\text{τε}}$	

ΑΣΚΗΣΗ 7

Οξειδοαναγωγή–Κανονικά Δυναμικά Οξειδοαναγωγής– Εξίσωση NERNST

Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Στερεά</u> Ρινίσματα ή μικρά ελάσματα Cu Ρινίσματα ή μικρά ελάσματα Zn	Δοκιμαστικοί σωλήνες (10) Σιφώνια με πουάρ ή προχοϊδες (2) Κωνικές φιάλες (3)
<u>Διαλύματα</u> Pb(C ₂ H ₃ O ₂) ₂ 0,1 M NiSO ₄ ·6H ₂ O 0,1 M CdCl ₂ 0,1 M CrCl ₃ ·6H ₂ O 0,1 M CuSO ₄ ·5H ₂ O 0,1 M KMnO ₄ 0,02 M H ₂ SO ₄ 3 M FeSO ₄ ·7H ₂ O (άγνωστο)	

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Μελέτη δραστηριότητας στοιχείων

Σε μία οξειδοαναγωγική αντίδραση απλής αντικατάστασης, το δραστικότερο μέταλλο (αναγωγικό) αντικαθιστά ένα λιγότερο δραστικό (οξειδωτικό), π.χ.



Γενικότερα, μία χημική ουσία περισσότερο αναγωγική (λιγότερο οξειδωτική) δίνει ηλεκτρόνια σε μία άλλη χημική ουσία ένα σώμα που είναι λιγότερο αναγωγικό (περισσότερο οξειδωτική). Η αντίδραση είναι μετατοπισμένη προς τα δεξιά, όταν το $K_{ισ}$ έχει μεγάλη τιμή, δηλαδή όταν $\Delta E^0 > 0$. Όσο μεγαλύτερη είναι η διαφορά της αναγωγικής ισχύος, τόσο μεγαλύτερη είναι η τιμή της $K_{ισ}$.

Η μελέτη δραστηριότητας των μετάλλων πραγματοποιείται ως εξής:

1. Σε 5 δοκιμαστικούς σωλήνες προστίθενται ρινίσματα ή μικρά ελάσματα Zn.

2. Σε κάθε δοκιμαστικό σωλήνα προστίθενται ~3 mL ενός εκ των διαλυμάτων που φαίνονται στον πίνακα 1.
3. Οι δοκιμαστικοί σωλήνες αφήνονται σε ηρεμία για τουλάχιστον 20 min και καταγράφονται οι παρατηρήσεις για καθέναν από τους σωλήνες.
4. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 1–3 για ρινίσματα ή μικρά ελάσματα Cu.

Πίνακας 1: Επίδραση υδατικών διαλυμάτων αλάτων σε μέταλλα.

	Pb ²⁺	Ni ²⁺	Cd ²⁺	Cr ³⁺	Cu ²⁺
Zn					
Cu					

ΠΕΙΡΑΜΑ 2

Προσδιορισμός συγκέντρωσης αναγωγικού διαλύματος

Τα ιόντα του Fe(II) αντιδρούν με τα MnO₄⁻ σε όξινο περιβάλλον σύμφωνα με την αντίδραση:



1. Σε κωνική φιάλη των 250 mL τοποθετούνται με τη βοήθεια του σιφωνίου 10,00 mL του δείγματος Fe(II).
2. Προστίθενται στην κωνική φιάλη περίπου 3 mL διαλύματος H₂SO₄ 3 M με τη βοήθεια του ογκομετρικού κυλίνδρου.
3. Σε προχοΐδα τοποθετείται το πρότυπο διάλυμα του KMnO₄. Επειδή το διάλυμα του KMnO₄ είναι έντονα χρωματισμένο, η ακριβής θέση της βάσης του μηνίσκου δεν είναι ορατή. Γι' αυτό το λόγο η ανάγνωση της ένδειξης της προχοΐδας γίνεται από το επάνω μέρος του υγρού.
4. Το διάλυμα του KMnO₄ πρέπει να προστίθεται **αργά και υπό συνεχή ανάδευση**. Σε περίπτωση που έχω ταχεία προσθήκη του διαλύματος του KMnO₄ ή όχι καλή ανάδευση, είναι πιθανό να σχηματιστεί αδιάλυτο MnO₂. Για τον ίδιο λόγο πρέπει να αποφεύγεται προσθήκη περίσσειας KMnO₄. Το σχηματιζόμενο στερεό MnO₂ επικάθεται στα τοιχώματα της κωνικής φιάλης (καστανός χρωματισμός) και προκαλεί αρνητικό σφάλμα στην επόμενη μέτρηση.
5. Το τελικό σημείο της ογκομέτρησης γίνεται αντιληπτό με την εμφάνιση ρόδινης χροιάς, η οποία παραμένει για τουλάχιστον 30 s.
6. Πραγματοποιούνται τουλάχιστον τρεις ογκομετρήσεις και λαμβάνεται μέσος όρος των τριών μετρήσεων.

Δίνονται τα κανονικά δυναμικά αναγωγής:

ΗΜΙΑΝΤΙΔΡΑΣΗ ΑΝΑΓΩΓΗΣ	E° (V)
$\text{Cu}_{(\text{aq})}^{2+} + 2e \longrightarrow \text{Cu}_{(\text{s})}$	+0,337
$\text{Zn}_{(\text{aq})}^{2+} + 2e \longrightarrow \text{Zn}_{(\text{s})}$	-0,763
$\text{Pb}_{(\text{aq})}^{2+} + 2e \longrightarrow \text{Pb}_{(\text{s})}$	-0,125
$\text{Ni}_{(\text{aq})}^{2+} + 2e \longrightarrow \text{Ni}_{(\text{s})}$	-0,257
$\text{Cd}_{(\text{aq})}^{2+} + 2e \longrightarrow \text{Cd}_{(\text{s})}$	-0,403
$\text{Cr}_{(\text{aq})}^{3+} + 3e \longrightarrow \text{Cr}_{(\text{s})}$	-0,74
$\text{Fe}_{(\text{aq})}^{3+} + e \longrightarrow \text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}$	+0,771
$\text{MnO}_{(\text{aq})}^{-} + 8\text{H}_{(\text{aq})}^{+} + 5e \longrightarrow \text{Mn}_{(\text{aq})}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$	+1,51

α/α	Όγκος $\text{Fe}_{(\text{aq})}^{2+}$	Όγκος KMnO_4 0,02 M
1		
2		
3		

ΑΣΚΗΣΗ 8

Χημική Κινητική

Πειραματικό μέρος

Αντιδραστήρια	Όργανα – Συσκευές
<u>Διαλύματα</u> CH ₃ COONa 0,75 M CH ₃ COOH 0,22 M H ₃ AsO ₃ 0,03 M KIO ₃ 0,1 M KI 0,2 M	Κωνικές φιάλες (2) Ποτήρια ζέσεως Ογκομετρικός κύλινδρος 10 mL Σιφώνιο με πουάρ Προχοΐδα Σταγονόμετρο Χρονόμετρο ή ρολόι με δευτερόλεπτα
<u>Δείκτης</u> Άμυλο	

Κατά την ανάμιξη των υδατικών διαλυμάτων IO₃⁻ και I⁻ λαμβάνει χώρα η αντίδραση:



Σκοπός του πειράματος είναι ο προσδιορισμός της τάξης της αντίδρασης ως προς το αντιδρών IO₃⁻. Αυτό γίνεται υπολογίζοντας την αρχική ταχύτητα της αντίδρασης με βάση τις αρχικές συγκεντρώσεις των αντιδρώντων. Η στρατηγική που ακολουθείται είναι η εξής: εάν στο μίγμα της αντίδρασης προστεθεί ορισμένη ποσότητα H₃AsO₃ το παραγόμενο στην προηγούμενη αντίδραση I₃⁻ αντιδρά περαιτέρω παρέχοντας εκ νέου I⁻, σύμφωνα με την αντίδραση:



Η αρχική ταχύτητα της αντίδρασης (α) θα προσδιοριστεί με τη βοήθεια αμύλου, το οποίο δίνει χαρακτηριστικό μπλε χρώμα παρουσία I₃⁻ και του αρσενικόδους οξέως, η ποσότητα του οποίου ουσιαστικά ρυθμίζει το χρόνο εμφάνισης του χρώματος.

Θα πρέπει εδώ να τονίσουμε ότι η επιλογή των αρχικών συγκεντρώσεων για την εκτέλεση του πειράματος δεν είναι εύκολη υπόθεση. Εάν χρησιμοποιήσουμε υψηλές συγκεντρώσεις, η αντίδραση θα λάβει χώρα πολύ γρήγορα και δε θα έχουμε τη δυνατότητα να μετρήσουμε αξιόπιστα το χρόνο Δt. Αντιθέτως, εάν χρησιμοποιήσουμε χαμηλές αρχικές συγκεντρώσεις, η αντίδραση θα είναι αργή και

επομένως δε θα ισχύει η υπόθεσή μας ότι οι συγκεντρώσεις των αντιδρώντων παραμένουν πρακτικώς σταθερές στη διάρκεια του πειράματος και, ως εκ τούτου, ότι προσδιορίζουμε την αρχική ταχύτητα της αντίδρασης σε κάθε πείραμα.

ΠΕΙΡΑΜΑ 1

Προσδιορισμός της εξάρτησης του νόμου ταχύτητας της αντίδρασης από τη συγκέντρωση των IO_3^-

1. Παρασκευή του ρυθμιστικού διαλύματος: σε ογκομετρική φιάλη των 100,0 mL. Εισάγονται 20 mL CH_3COONa 0,75 M, 20 mL CH_3COOH 0,22 M και 4 mL αμύλου. Το μείγμα αραιώνεται με H_2O μέχρι τη χαραγή και αναδεύεται πολύ καλά.
2. Σε καθαρή και στεγνή κωνική φιάλη τοποθετούνται 0,50 mL H_3AsO_3 0,03 M, 0,50 mL διαλύματος KIO_3 0,1 M και 12,00 mL ρυθμιστικού διαλύματος.
3. Σε καθαρό και στεγνό ογκομετρικό κύλινδρο τοποθετούνται 5,0 mL KI 0,2 M.
4. Το διάλυμα του KI προστίθεται στην κωνική φιάλη, με γρήγορη και πλήρη ανάμειξη των δύο διαλυμάτων. Από τη στιγμή της ανάμειξης (χρόνος μηδέν), μετρίεται ο χρόνος με κοινό ρολόι. Σημειώνεται ο χρόνος κατά τον οποίο εμφανίζεται για πρώτη φορά το χαρακτηριστικό μπλε χρώμα ιωδίου-αμύλου. Ο χρωματισμός του διαλύματος διακρίνεται καλύτερα εάν η φιάλη έχει τοποθετηθεί πάνω σε λευκό χαρτί.
5. Το πείραμα επαναλαμβάνεται χρησιμοποιώντας 0,75 mL και 1,00 mL διαλύματος KIO_3 , διατηρώντας σταθερή την ποσότητα των υπόλοιπων αντιδραστηρίων (δύο επιπλέον πειράματα).

ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΩΝ ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Σκοπός του πειράματος είναι, όπως προαναφέραμε, ο προσδιορισμός της τάξης της αντίδρασης ως προς το αντιδρών IO_3^- . Η ταχύτητα της αντίδρασης ορίζεται ως ο ρυθμός της μεταβολής της $[\text{IO}_3^-]$, δηλ. $v = -\frac{\Delta[\text{IO}_3^-]}{\Delta t}$, ενώ ο νόμος ταχύτητας εκφράζει την εξάρτηση της ταχύτητας από τις συγκεντρώσεις των αντιδρώντων. Δεδομένου ότι θα εφαρμόσουμε τη μέθοδο των αρχικών ταχυτήτων, ο νόμος ταχύτητας παίρνει τη μορφή:

$$v = -\frac{\Delta[\text{IO}_3^-]}{\Delta t} = k[\text{IO}_3^-]^x[\text{I}^-]^y[\text{H}^+]^z \quad (1)$$

Θα πρέπει, στο σημείο αυτό, να τονίσουμε ότι στο αριστερό μέλος της (1) αναφερόμαστε στη μεταβολή της συγκέντρωσης των IO_3^- σε χρόνο Δt , ενώ στο δεξιό

μέλος στην αρχική συγκέντρωση των IO_3^- . Προφανώς, οι δύο αυτές ποσότητες είναι διαφορετικές.

Κατά την εκτέλεση των τριών πειραμάτων, με τις τρεις διαφορετικές ποσότητες του διαλύματος KIO_3 ισχύουν τα παρακάτω:

α) η $[\text{H}^+]$ είναι σταθερή (χρήση ρυθμιστικού διαλύματος),

β) τα ιόντα I^- βρίσκονται σε μεγάλη περίσσεια έναντι των IO_3^- και άρα η $[\text{I}^-]$ στα τρία πειράματα θεωρείται πρακτικά σταθερή,

γ) η θερμοκρασία διατηρείται σταθερή, οπότε και η k θεωρείται σταθερή.

Συνεπώς, η σχέση (1) μπορεί να γραφεί ως:

$$v = -\frac{\Delta[\text{IO}_3^-]}{\Delta t} = k' [\text{IO}_3^-]_0^x \quad (2)$$

όπου: $k' = k [\text{I}^-]_0^y [\text{H}^+]_0^z$

Η τελική επεξεργασία των αποτελεσμάτων μπορεί να γίνει με έναν από τους ακόλουθους δύο τρόπους:

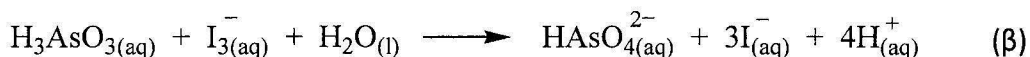
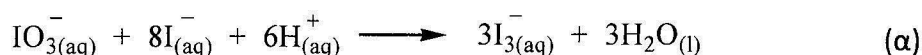
1^{ος} τρόπος

Δεδομένου ότι η ποσότητα του H_3AsO_3 στα τρία πειράματα είναι σταθερή, λόγω της στοιχειομετρίας των εξισώσεων (α) και (β), οι τρεις χρόνοι $\Delta t_1, \Delta t_2, \Delta t_3$, μέχρι την εμφάνιση του μπλε χρώματος ιωδίου-αμύλου, αντιστοιχούν, πρακτικά, στην ίδια μεταβολή συγκέντρωσης $\Delta[\text{IO}_3^-]$ εξαιτίας της αντίδρασης (α) στο χρόνο Δt . Ωστόσο, η συσχέτιση αυτή δεν είναι απολύτως ακριβής, λόγω της μικρής μεταβολής του συνολικού όγκου στα τρία πειράματα. Επομένως, η σχέση (2) γίνεται:

$$v = -\frac{\Delta[\text{IO}_3^-]}{(\Delta t)_i} = k' [\text{IO}_3^-]_{0,i}^x \quad (3)$$

Εφαρμόζοντας τη σχέση (3) τρεις φορές, προκύπτουν τρεις εξισώσεις τις οποίες διαιρούμε κατά μέλη ανά δύο, οπότε με λογαρίθμηση μπορούμε να προσδιορίσουμε το x .

Από τη στοιχειομετρία των αντιδράσεων (α) και (β)



και επειδή το συνολικό I_3^- που παράγεται στην (α) καταναλώνεται στη (β) προκύπτει ότι:

$$\Delta[\text{IO}_3^-] = \frac{[\text{H}_3\text{AsO}_3]}{3}$$

2^{ος} τρόπος

Η σχέση (3) μετασχηματίζεται στην ακόλουθη:

$$\log v_i = \log k' + x \log [IO_3^-]_{0,i} \quad (3)$$

Συμπληρώνουμε τον παρακάτω πίνακα:

Πείραμα	$\Delta[IO_3^-]/M$	$\Delta t/s$	v/Ms^{-1}	$\log v$	$[IO_3^-]_0/M$	$\log[IO_3^-]_0$
1						
2						
3						

Από τη γραφική παράσταση $\log v$ συναρτήσει $\log[IO_3^-]_0$, υπολογίζουμε τα k' και x .