ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΧΗΜΙΚΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΧΗΜΙΚΩΝ ΕΠΙΣΤΗΜΩΝ (Ι)
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΑΝΟΡΓΑΝΗΣ ΚΑΙ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ

ΑΝΟΡΓΑΝΗ ΧΗΜΕΙΑ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΣ ΟΔΗΓΟΣ

1ο Εξάμηνο Χημικών Μηχανικών ΕΜΠ

Γεωργιάδου Α.
Γύφτου Π.
Καραμπέρη Α.
Κάρμα Σ.
Κομιώτου Μ.
Λυμπεροπούλου Β.
Μενδρινός Λ.
Μικέδη Κ.
Μπαλτά Κ.
Τσακανίκα Λ.

ΑΘΗΝΑ 2026

ΣΥΓΓΡΑΦΙΚΗ ΟΜΑΔΑ

Αναστασία Γεωργιάδου, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Αλεξάνδρα Καραμπέρη, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Μαρία Κομιώτου, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Λεωνίδας Μενδρινός, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Καλλιόπη Μπαλτά, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Πηνελόπη Γύφτου, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Σοφία Κάρμα, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Θεοπίστη Λυμπεροπούλου, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Αικατερίνη Μικέδη, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Λαμπρινή - Αρετή Τσακανίκα, Εργαστηριακό Διδακτικό Προσωπικό

Επιμέλεια κειμένου: Αλεξάνδρα Καραμπέρη

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

Μέτρηση Πυκνότητας Υγρών 1

Μέτρηση Πυκνότητας Στερεών Υλικών 7

Προσδιορισμός Σχετικής Ατομικής Μάζας Μετάλλου 15

Διαχωρισμός Στερεού – Υγρού 21

Σχηματισμός και διαχωρισμός κρυσταλλικών και πηγματωδών ιζημάτων 21

Κλασματική κρυστάλλωση-Ανακρυστάλλωση 27

Διαχωρισμός Στερεών με Εξάχνωση 35

Διαχωρισμός μίγματος NH_4Cl - NaCl 35

Απόσταξη 45

Άσκηση 1: Παραλαβή Αζεοτροπικού Μίγματος H_2O - HCl 47

Άσκηση 2: Απόσταξη κρασιού 52

Καθαρισμός Χλωριούχου Νατρίου με Καταβύθιση 57

Άσκηση 1: Καθαρισμός χλωριούχου νατρίου με βαθμιαία καταβύθιση των προσμίξεων 58

Άσκηση 2: Καθαρισμός χλωριούχου νατρίου με διάλυση και καταβύθισή του. 61

Μελέτη της ταχύτητας Αντίδρασης $CaCO_3$ και Οξέος 67

Χημική Κινητική Αντίδρασης-Υπολογισμός της Σταθεράς της Ταχύτητας Χημικής Αντίδρασης 75

Παρασκευή Ένυδρου Χλωριούχου Βαρίου-Προσδιορισμός Κρυσταλλικών Νερών 85

Παρασκευή Ιωδίου (I_2) 89

Παρασκευή Μεταλλικού Χαλκού με Αναγωγή 95

Παρασκευή $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (Στυπτηρία, ALUM) 101

Παρασκευή και Επεξεργασία Πλαστικής Γύψου 107

Σύνθεση ενώσεων σύνταξης-Παρασκευή συμπλόκου του Χαλκού(ΙΙ) με αμμωνία 113

Θερμιδομετρία 117

Παρασκευή αισθητήρων SiO_2 με τεχνική SOL-GEL 133

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Α: ΒΑΣΙΚΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΣΥΣΚΕΥΕΣ 141

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Β: ΟΞΕΑ ΚΑΙ ΒΑΣΕΙΣ 153

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Γ: ΑΣΦΑΛΕΙΑ ΚΑΙ ΥΓΕΙΑ ΣΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ 155

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Δ: ΠΕΡΙΟΔΙΚΟ ΣΥΣΤΗΜΑ 169

Μέτρηση Πυκνότητας Υγρών

Προσδιορισμός περιεκτικότητας αλκοολούχων διαλυμάτων σε αιθανόλη

Βασική Θεωρία

Η πυκνότητα *ρ* ενός ομοιογενούς σώματος ορίζεται ως ο λόγος της μάζας m, μιας συγκεκριμένης ποσότητας του σώματος προς τον όγκο V που καταλαμβάνει. Η πυκνότητα εξαρτάται γενικά από τη θερμοκρασία και την πίεση. Στην περίπτωση των αερίων η επίδραση και των δύο παραμέτρων είναι σημαντική. Αντίθετα, στα υγρά η επίδραση της πίεσης είναι συνήθως πολύ μικρή λόγω της μικρής συμπιεστότητάς τους. Γι' αυτό το λόγο κατά την αναφορά της πυκνότητας ενός υγρού πρέπει να δηλώνεται και η θερμοκρασία μέτρησης. Επομένως, ο προσδιορισμός της πυκνότητας ενός υγρού, σε συγκεκριμένη θερμοκρασία, γίνεται απλώς με ζύγιση συγκεκριμένου όγκου του υγρού. Η μονάδα της πυκνότητας στο σύστημα S.I. είναι kg/m^3.

Κατά την ανάμιξη διαφορετικών, πλήρως αναμίξιμων υγρών παρατηρείται συχνά μεταβολή του συνολικού όγκου, με αποτέλεσμα ο όγκος του τελικού διαλύματος να μην ισούται κατ' ανάγκην με το άθροισμα των όγκων των επιμέρους υγρών πριν από την ανάμιξη, δηλαδή οι όγκοι δεν είναι πάντοτε προσθετικοί. Η ανάμιξη π.χ. 20 mL (cm^3) νερού και 20 mL (cm^3) αιθανόλης οδηγεί σε διάλυμα τελικού όγκου μικρότερου των 40 mL (cm^3) . Η διαφορά του όγκου που παρατηρείται σε διαλύματα μετά την ανάμιξη μπορεί να είναι θετική ή αρνητική και οφείλεται στις αλληλεπιδράσεις μεταξύ των μορίων της διαλυμένης ουσίας και του διαλύτη. Το νερό και η αιθανόλη είναι πολικές ενώσεις. Κατά την ανάμιξή τους τα «μικρότερα» μόρια του νερού έλκονται από το υδροξύλιο της αιθανόλης με αποτέλεσμα τη διάταξη των μορίων σε μικρότερο όγκο. Κατά την ανάμιξη διαλυμάτων ο όγκος δεν διατηρείται πάντα αλλά διατηρείται η μάζα. Επομένως ισχύει ότι

$$V_{\mu\acute{\iota}\gamma\mu\alpha\tau\omega\varsigma} * \rho_{\mu\acute{\iota}\gamma\mu\alpha\tau\omega\varsigma} = V_{\alpha\iota\theta\alpha\nu\acute{o}\lambda\eta\varsigma} * \rho_{\alpha\iota\theta\alpha\nu\acute{o}\lambda\eta\varsigma} + V_{\nu\epsilon\rho\circ\acute{u}} * \rho_{\nu\epsilon\rho\circ\acute{u}}$$

Η περιεκτικότητα των αλκοολούχων ποτών σε αιθανόλη εκφράζεται ως ο όγκος της άνυδρης αιθανόλης που περιέχεται σε 100 όγκους διαλύματος στους 20 ^oC. Συμβολίζεται ως % v/v και ονομάζεται αλκοολικό τίτλος κατ' όγκον (ABV - Alcohol By Volume) ή αλκοολικός βαθμός και συμβολίζεται °vol. Από τον 16^o αιώνα χρησιμοποιείται ακόμα και σήμερα (στις ΗΠΑ) η

μονάδα “proof” (τεκμήριο αλκοόλης) η οποία αντιστοιχεί στο διπλάσιο των αλκοολικών βαθμών. Το 100 proof αντιστοιχεί σε 50% αιθανόλη v/v.

Η περιεκτικότητα αιθανόλης στα αλκοολούχα ποτά είναι συνήθως από 3-50% v/v. Η παραγωγή, η πώληση και κατανάλωση των αλκοολούχων ποτών ελέγχονται αυστηρά από νόμους. Το όριο ηλικίας για νόμιμη κατανάλωση είναι συνήθως τα 18 έτη ανάλογα με τη χώρα και το είδος του ποτού. Η αιθανόλη, το κοινώς αποκαλούμενο αλκοόλ, θεωρείται ως το αρχαιότερο, ευρέως χρησιμοποιούμενο ψυχαγωγικό ναρκωτικό που επηρεάζει το νευρικό σύστημα.

Ο ακριβής και αξιόπιστος προσδιορισμός της περιεκτικότητας της αιθανόλης στα ποτά αποτελεί σημαντική παράμετρο για την ποιότητά τους. Ο Διεθνής Οργανισμός Αμπέλου και Οίνου - International Organization of Vine and Wine (OIV) έχει δημοσιεύσει πρότυπες μεθόδους ανάλυσης. Υπάρχουν πολλές μέθοδοι προσδιορισμού του αιθανολικού περιεχομένου: χημικές, φυσικές, χρωματογραφικές και φασματοσκοπικές. Στις φυσικές μεθόδους συγκαταλέγονται η πυκνομετρία, η υδρομετρία, η διαθλασιμετρία, η ποτενσιομετρία κλπ.

Η πυκνότητα ενός διαλύματος αιθανόλης εξαρτάται από την περιεκτικότητά του. Η πυκνότητα της αιθανόλης στους 20 °C είναι ίση με 0,789 g/mL και του νερού ίση με 0,998g/mL. Έτσι, αν κατασκευάσουμε ένα διάγραμμα αναφοράς, που συσχετίζει την περιεκτικότητα σε αιθανόλη με την πυκνότητα του διαλύματος, μπορούμε στη συνέχεια μετρώντας την πυκνότητα ενός άγνωστου διαλύματος (αλκοολούχου ποτού) να προσδιορίζουμε κατά προσέγγιση την περιεκτικότητά του σε αιθανόλη.

Πρέπει να σημειωθεί ότι ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας των ποτών με τη μέθοδο αυτή δεν είναι απόλυτα ακριβής καθόσον τα ποτά περιέχουν και άλλα συστατικά (π.χ. σάκχαρα) τα οποία έχουν επίδραση στην πυκνότητά τους, ενώ το διάγραμμα με βάση το οποίο προσδιορίζεται η περιεκτικότητα αναφέρεται σε καθαρά υδατικά διαλύματα αιθανόλης.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η μέτρηση της πυκνότητας υγρών διαλυμάτων αιθανόλης-νερού και ο προσδιορισμός των αλκοολικών βαθμών σε αλκοολούχα διαλύματα.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
• Άνυδρη αιθανόλη (CH_3CH_2OH)	▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών (διακριτική ικανότητα 0,01g) ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος των 100 mL ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος των 5 mL

1. Ζυγίζεται άδειος, καθαρός κα χωρίς υπολλείματα υγρασίας ο ογκομετρικός κύλινδρος και καταγράφεται η ακριβής μάζα του.
2. Προστίθενται 5,0 mL αιθανόλης και καταγράφεται η μάζα της (m_1) στον Πίνακα 1.
3. Προστίθεται απιονισμένο νερό, ενώ αναμιγνύεται επαρκώς με υάλινη ράβδο, μέχρι τελικού συνολικού όγκου $V_{διαλύματος}$=50,0 mL και καταγράφεται η μάζα του διαλύματος ($m_{διαλύματος}$) στον Πίνακα 1.
4. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 1-3 χρησιμοποιώντας κάθε φορά 10,0 mL, 15,0 mL, 20,0 mL, 25,0 mL, 30,0 mL, 35,0 mL, 40,0 mL και 45,0 mL αιθανόλης.
5. Ζυγίζονται 10,0-50,0 mL αγνώστου διαλύματος και καταγράφεται η μάζα και ο όγκος στον Πίνακα 2.
6. Μετράται η θερμοκρασία του διαλύματος αφού παραμείνει για λίγα λεπτά ώστε να σταθεροποιηθεί η θερμοκρασία του.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Από τα δεδομένα του Πίνακα 1, να υπολογιστεί η μέση πυκνότητα της αιθανόλης καθώς και η απόκλιση της πειραματικής από τη θεωρητική τιμή (0,789 gr/mL).
2. Να υπολογιστεί η πυκνότητα των διαλυμάτων ($\rho_{διαλύματος}$) που παρασκευάστηκαν.

$$\rho_{διαλύματος} = \frac{m_{διαλύματος}}{V_{διαλύματος}}$$

3. Να υπολογιστεί εκ νέου η πυκνότητα των διαλυμάτων ($\rho'_{διαλύματος}$), χρησιμοποιώντας τον παρακάτω τύπο

$$\rho'_{διαλύματος} = \frac{V_{αιθανόλης}\rho_{αιθανόλης} + V_{νερού}\rho_{νερού}}{V_{διαλύματος}}$$

Όπου θεωρήστε ότι $V_{νερού}=V_{διαλύματος} - V_{αιθανόλης}$

με $\rho_{αιθανόλης}$= 0,789 g/mL και $\rho_{νερού}$=0,998 g/mL στους 20°C

4. Να γίνει σύγκριση των τιμών της πυκνότητας που υπολογίστηκαν στα ερωτήματα 2 και 3. Τι παρατηρείτε; Που μπορεί να οφείλεται η απόκλιση μεταξύ των τιμών.
5. Να σχεδιαστεί η γραφική παράσταση πυκνότητας σε συνάρτηση με τη %v/v συγκέντρωση αιθανόλης στα διαλύματα.
6. Να σχεδιαστεί η γραφική παράσταση πυκνότητας σε συνάρτηση με τη %w/w συγκέντρωση αιθανόλης στα διαλύματα.
7. Από τα δεδομένα του Πίνακα 2, να υπολογιστεί η πυκνότητα του αγνώστου δείγματος.
8. Από την πυκνότητα και τη γραφική παράσταση (%v/v) να εκτιμηθεί η περιεκτικότητα του αγνώστου δείγματος σε αιθανόλη.

Πίνακας 1: Πειραματικές μετρήσεις γνωστών διαλυμάτων, σταθερού όγκου $V_{διαλύματος}$=50,0 mL

Α/Α	Αιθανόλη		Διάλυμα			Πυκνότητα αιθανόλης (g/mL)	Πυκνότητα διαλύματος (g/mL)
	Όγκος (mL)	Μάζα αιθ. m_1 (g)	Μάζα Διαλ. m_2 (g)	Συγκέντρωση αιθανόλης (% v/v)	Μάζα νερού m_2-m_1 (g)		
1	5,0			10			
2	10,0			20			
3	15,0			30			
4	20,0			40			
5	25,0			50			
6	30,0			60			
7	35,0			70			
8	40,0			80			
9	45,0			90			

Πίνακας 2. Πειραματικές μετρήσεις άγνωστου δείγματος

Αλκοολούχο ποτό		
Όγκος (mL)	Μάζα (g)	Πυκνότητα (g/mL)
Περιεκτικότητα %v/v σε αιθανόλη:		

Ερωτήσεις

1. Όπως σημειώνεται παραπάνω η μέθοδος δεν είναι πάντα ακριβής. Σε ποια περίπτωση πιστεύετε ότι το σφάλμα της μέτρησης των αλκοολικών βαθμών είναι μεγαλύτερο: στη ρακή ή σε ένα σπιτικό λικέρ;

Βιβλιογραφία

1. Ebbing, D. D., & Gammon, S. D., Γενική Χημεία, μτφ. Ελληνικά Κλούρας Ν., Εκδόσεις ΤΡΑΥΛΟΣ, 6η έκδοση, Αθήνα (2002).
2. Atkins, P. W., & Jones, L. Chemical principles: The quest for insight, W.H. Freeman, 1st edition, New York (1999).
3. Correa Mercè, López-Cruz Laura, Porru Simona, Salamone D. John, Chapter 56 Neuroscience of Alcohol, Academic Press, London, 2019, Pages 545-554.
4. Wang L.M., Wang T. J., and Choong M. Y., Simultaneous quantification of methanol and ethanol in alcoholic beverage using a rapid gas chromatographic method coupling with dual internal standards, Food Chemistry, vol. 86, no. 4, pp. 609–615, 2004.
5. Occurrence 2018, Compendium of International Methods of Analysis of Wines and Musts, OIV (2 vol.).

Μέτρηση Πυκνότητας Στερεών Υλικών

Βασική Θεωρία

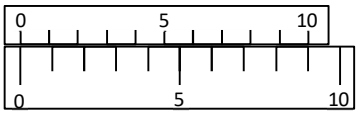
Για να προσδιοριστεί η πυκνότητα ενός στερεού (ρ) πρέπει να μετρηθούν η μάζα (m) και ο όγκος του (V). Στη συνέχεια η πυκνότητα υπολογίζεται από τη διαίρεση της μάζας προς τον όγκο, όπως υποδεικνύεται στην Εξίσωση (1).

$$\rho = m/V \qquad (1)$$

Η μάζα μετράται με ζύγιση. Ο όγκος ενός στερεού κανονικού γεωμετρικού σχήματος (ορθογώνιο παραλληλεπίπεδο, κύλινδρος, σφαίρα), προκύπτει από τις διαστάσεις του οι οποίες μπορεί να μετρηθούν με ένα χάρακα ή ένα παχύμετρο. Ο όγκος ενός στερεού με ακανόνιστο σχήμα μπορεί να προσδιοριστεί με τη μέτρηση του όγκου του υγρού που εκτοπίζεται όταν το στερεό βυθίζεται εξολοκλήρου στο συγκεκριμένο υγρό.

Μέτρηση της πυκνότητας γεωμετρικού στερεού

Για μεγαλύτερη ακρίβεια στις μετρήσεις διαστάσεων, αντί του χάρακα, χρησιμοποιείται το παχύμετρο ή διαστημόμετρο. Αποτελείται από δύο κλίμακες: την κύρια κλίμακα, η οποία είναι σταθερή, και την κλίμακα βερνιέρου (Vernier Scale), η οποία είναι μια βοηθητική κλίμακα που ολισθαίνει κατά μήκος της κύριας κλίμακας.



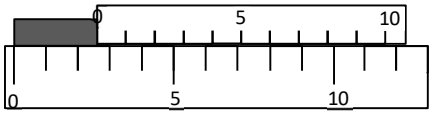
Σχήμα 1: Κύρια κλίμακα (κάτω) και κλίμακα βερνιέρου (πάνω)

Ο όρος «διακριτική ικανότητα» ή «διακριτότητα» αναφέρεται στη μικρότερη τιμή που μπορεί κανείς να διαβάσει απ' ευθείας χρησιμοποιώντας μια κλίμακα βερνιέρου.

Πριν από κάθε μέτρηση εξετάζουμε τη διακριτική ικανότητα της κλίμακας του βερνιέρου, δηλαδή εάν πρόκειται για μετρητικό όργανο (π.χ. παχύμετρο) με διακριτική ικανότητα 0,1, 0,05 ή 0,02 mm (πολλές φορές συμβολίζεται και ως 1/10, 1/20 και 1/50).

Το μήκος ενός δοκιμίου μετράται με ένα παχύμετρο ως εξής: το ακέραιο

μέρος της μέτρησης διαβάζεται πάνω στην κύρια κλίμακα παρατηρώντας την τελευταία υποδιαίρεση που φαίνεται πριν από το 0 της κλίμακας του βερνιέρου. Στην κλίμακα του βερνιέρου υπάρχει μια υποδιαίρεση (μεταξύ 0 και 10) που συμπίπτει με κάποια υποδιαίρεση της βασικής κλίμακας ή θα βρίσκεται πλησιέστερα από όλες τις άλλες. Η υποδιαίρεση αυτή της κλίμακας του βερνιέρου αποτελεί και το αντίστοιχο δεκαδικό ψηφίο της ένδειξης. Στο παράδειγμα του σχήματος 2, αν η κύρια κλίμακα είναι σε mm και η διακριτική ικανότητα του παχυμέτρου είναι 0,1mm, τότε το ζητούμενο μήκος είναι 2,6mm.



Σχήμα 2: Παράδειγμα μέτρησης αντικειμένου με χρήση κλίμακας βερνιέρου

Μέτρηση της πυκνότητας αδρανών

Μία από τις παραμέτρους που μετράται για τον ποιοτικό έλεγχο των αδρανών υλικών είναι και η πυκνότητά τους. Πιο συγκεκριμένα ορίζεται ως:

- *ρ,* πυκνότητα κόκκων: Ο λόγος της μάζας δείγματος κόκκων προς τον όγκο που καταλαμβάνουν οι κόκκοι αυτοί, στον οποίο συμπεριλαμβάνονται ο όγκος των προσβάσιμων και μη προσβάσιμων από το νερό πόρων των κόκκων.
- $\rho_{φαιν}$, φαινόμενη πυκνότητα κόκκων: Ο λόγος της μάζας δείγματος κόκκων προς τον όγκο που καταλαμβάνουν οι κόκκοι αυτοί, από τον οποίο αφαιρείται ο όγκος των πόρων που είναι προσβάσιμοι από το νερό (συμπεριλαμβάνεται ο όγκος μόνο των μη προσβάσιμων από το νερό πόρων των κόκκων).
- $d_{σχ}$, σχετική πυκνότητα: είναι μέγεθος αδιάστατο και είναι ο λόγος της εκάστοτε πυκνότητας του υλικού προς την πυκνότητα του νερού σε καθορισμένες θερμοκρασίες και επομένως διακρίνεται σε σχετική πυκνότητα κόκκων και σε σχετική φαινόμενη πυκνότητα κόκκων.

Η πυκνότητα των καθαρών ομογενών υλικών (καθαρών ουσιών) (όπως π.χ. του απεσταγμένου νερού, του καθαρού οινοπνεύματος, του καθαρού αλατιού, της καθαρής ζάχαρης, του καθαρού χρυσού, του καθαρού σιδήρου) είναι ένα χαρακτηριστικό μέγεθος για το αντίστοιχο υλικό. Επομένως, από την αριθμητική τιμή της πυκνότητας είναι δυνατό να εκτιμηθεί η ταυτότητα του υλικού. Για τον σκοπό αυτόν, χρησιμοποιούνται πίνακες που παρουσιάζουν τις πυκνότητες διαφόρων υλικών σε συγκεκριμένη

θερμοκρασία, συνήθως στους 20 °C.

Αβεβαιότητα άμεσων μετρήσεων

Ένα μέγεθος είναι **άμεσα μετρούμενο** όταν η τιμή του προκύπτει απευθείας από ένδειξη οργάνου, χωρίς να υπολογίζεται από άλλα μετρούμενα μεγέθη. Κάθε άμεση μέτρηση ενός μεγέθους, π.χ. μήκους, μάζας, θερμοκρασίας κ.α. με χρήση των αντίστοιχων οργάνων μέτρησης (χάρακας, ζυγός, θερμόμετρο κ.α.) επηρεάζεται από διάφορες πηγές αβεβαιότητας όπως η διακριτική ικανότητας οργάνου, η βαθμονόμηση, κ.α.. Έτσι, κάθε άμεση μέτρηση (x) παρουσιάζεται στη μορφή $x \pm \delta x$, όπου για τους σκοπούς της παρούσας άσκησης, το δx εκφράζει το εκτιμώμενο όριο αβεβαιότητας που οφείλεται στη διακριτική ικανότητα του χρησιμοποιούμενου οργάνου. Αν q είναι η διακριτική ικανότητα του οργάνου, θεωρείται ότι $\delta x = q/2$ για αναλογικά όργανα μέτρησης και $\delta x = q$ για ψηφιακά όργανα. Για παράδειγμα, για ψηφιακό ζυγό διακριτικής ικανότητας 0,01 g λαμβάνεται δm=0,01 g. Αντίστοιχα, για παχύμετρο διακριτικής ικανότητας 0,05 mm λαμβάνεται δl=0,025 mm. Η παραπάνω προσέγγιση λαμβάνει υπόψη μόνο την επίδραση της διακριτικής ικανότητας του οργάνου και όχι άλλες πιθανές πηγές αβεβαιότητας, όπως η βαθμονόμηση, η επαναληψιμότητα ή το σφάλμα μηδενός.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι ο προσδιορισμός της πυκνότητας στερεού δοκιμίου και αδρανών δομικών υλικών.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Μεταλλικά δοκίμια • Αδρανή δομικά υλικά	▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ψηφίων ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος 100 mL ▪ Χάρακας, παχύμετρο

Μέτρηση της πυκνότητας του δοκιμίου

1. Επιλέγεται ένα ή περισσότερα από τα δοκίμια που παρέχονται και καταγράφεται ο αναγνωριστικός αριθμός του (κωδικός). Προσδιορίζεται και καταγράφεται η μάζα του με ακρίβεια 0,01 g.
2. Μετρούνται οι διαστάσεις του γεωμετρικού στερεού. Καταγράφονται οι μετρήσεις των διαστάσεων με ακρίβεια αντίστοιχη του οργάνου

μέτρησης.

3. Ο όγκος των υλικών μεταβάλλεται με τη θερμοκρασία. Για τον λόγο αυτόν, πρέπει να αναφέρεται και η θερμοκρασία κάθε φορά που αναφέρουμε τον όγκο ενός υλικού. Σημειώνεται ότι, οι μεταβολές του όγκου στερεών και υγρών σωμάτων θεωρούνται αμελητέες για μικρές μεταβολές της θερμοκρασίας.
4. Καθαρίζονται τα μεταλλικά δοκίμια με ένα στεγνό πανί ή χαρτί και επιστρέφονται στη θήκη τους.

Μέτρηση της πυκνότητας των αδρανών

1. Τοποθετούνται κόκκοι αδρανούς υλικού σε κάψα πορσελάνης.
2. Ξηραίνονται στο πυριατήριο στους 110 ^{o}C μέχρι σταθερής μάζας.
3. Η κάψα τοποθετείται σε ξηραντήρα μέχρι να αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος.
4. Ογκομετρούνται 30-35 mL νερό σε ένα ογκομετρικό κύλινδρο. Καταγράφεται ο όγκος με ακρίβεια 0,1 mL (V_1). Καταγράφεται η μάζα του κυλίνδρου με το νερό με ακρίβεια 0,01 g (m_1).
5. Τοποθετούνται τόσοι κόκκοι αδρανούς υλικού ώστε να επιτευχθεί άνοδος της στάθμης του νερού πάνω από τα 10 mL. Βεβαιώνεται ότι το στερεό υλικό είναι **κάτω** από την στάθμη του νερού και καταγράφεται ο όγκος με ακρίβεια 0,1 mL (V_2).
6. Μετράται και καταγράφεται η μάζα του κυλίνδρου μαζί με το νερό και το αδρανές υλικό με ακρίβεια 0,01 g (m_2).
7. Γίνεται απόχυση του νερού από τον ογκομετρικό κύλινδρο και οι κόκκοι του αδρανούς υλικού τοποθετούνται σε κάψα πορσελάνης.
8. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 4 έως 7 με νέα ξηρή ποσότητα του ίδιου αδρανούς υλικού.
9. Το αδρανές υλικό μετά τη χρήση του τοποθετείται στο πυριατήριο στους 110 ^{o}C προς ξήρανση.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Μέτρηση της πυκνότητας του δοκιμίου.

Συμπληρώνεται ο Πίνακας 1 με τα πειραματικά αποτελέσματα:

Πίνακας 1: Πειραματικές μετρήσεις για τον υπολογισμό της πυκνότητας του δοκιμίου

Κωδικός	Μάζα $m \pm \delta m$ (g)	Ύψος $h \pm \delta h$ (mm)	Διάμετρος $D \pm \delta D$ (mm)

Ο όγκος ενός κυλίνδρου υπολογίζεται από την επιφάνεια της βάσης του επί το ύψος του σύμφωνα με την εξίσωση (6), όπου D η διάμετρος της βάσης και h το ύψος του κυλίνδρου.

$$V=(\pi D^2 h)/4 \qquad (4)$$

Η τιμή π θα πρέπει να στρογγυλοποιείται ανάλογα με την ακρίβεια των δεδομένων.

Το εκτιμώμενο όριο αβεβαιότητας δV του όγκου (V), ως έμμεση μέτρηση, για ένα κυλινδρικό δοκίμιο, υπολογίζεται από τη σχέση:

$$\delta V/V=2\delta D/D + \delta h/h \qquad (5)$$

Στη συνέχεια, η πυκνότητα υπολογίζεται από τη διαίρεση της μάζας προς τον όγκο, όπως υποδεικνύεται στην Εξίσωση (1).

Αντίστοιχα, το εκτιμώμενο όριο αβεβαιότητας $\delta\rho$ της πυκνότητας (ρ) υπολογίζεται από την σχέση:

$$\delta\rho/\rho=\delta m/m+\delta V/V \qquad (6)$$

Μέτρηση της πυκνότητας των αδρανών

Συμπληρώνεται ο Πίνακας 2 με τα πειραματικά αποτελέσματα.

Πίνακας 2: Πειραματικές μετρήσεις για τον υπολογισμό της πυκνότητας των αδρανών

α/α	*Όγκος νερού* *(V_1)*	*Μάζα κυλίνδρου με νερό* *(m_1)*	*Όγκος νερού και δείγματος* *(V_2)*	*Μάζα κυλίνδρου με νερό και δείγμα* *(m_2)*
1				
2				

Η μάζα των αδρανών υπολογίζεται αφαιρώντας τη μάζα του ογκομετρικού κυλίνδρου μαζί με το νερό *(m_1)* από την μάζα του ογκομετρικού κυλίνδρου που περιέχει το νερό μαζί με τα αδρανή *(m_2).*

Η πυκνότητα των αδρανών υπολογίζεται διαιρώντας την μάζα των αδρανών με τον όγκο του υγρού που εκτοπίστηκε, όπως φαίνεται στην παρακάτω σχέση και λαμβάνεται ο μέσος όρος των δύο μετρήσεων.

$$\rho_{\alpha\delta\rho} = \frac{m_2 - m_1}{V_2 - V_1} \qquad (7)$$

Ερωτήσεις

1. Να υπολογιστεί η πυκνότητα του γεωμετρικού στερεού (μεταλλικού δοκιμίου) και να εκτιμηθεί το πιθανό υλικό από το οποίο είναι κατασκευασμένο, χρησιμοποιώντας τον Πίνακα 3.
2. Να υπολογιστεί η πυκνότητα των αδρανών. Να εκτιμηθεί το υλικό των αδρανών, με βάση τον Πίνακα 3.
3. Με την παραπάνω διαδικασία υπολογίστηκε η πυκνότητα των κόκκων, η σχετική πυκνότητα κόκκων ή φαινόμενη πυκνότητα κόκκων;
4. Παραλαμβάνεται μία ράβδος χρυσού αμφιβόλου καθαρότητας. Πώς θα ελεγχθεί η καθαρότητά της εάν η ράβδος έχει μήκος 10 cm, διάμετρο 2 cm και μετά από ζύγιση σε ζυγό ακριβείας δύο δεκαδικών ψηφίων η μάζα της προέκυψε ίση με 500,05 g. Να σημειωθεί ότι οι συνήθεις προσμίξεις του χρυσού είναι ο άργυρος και ο χαλκός.
5. Δείγμα σιδηρομεταλλεύματος έχει μάζα 89,6 g. Για τον υπολογισμό της πυκνότητας του, το δείγμα τοποθετήθηκε σε φιάλη όγκου 50 mL, η οποία αφού πληρώθηκε με νερό ζυγίστηκε σε ζυγό ακριβείας ενός δεκαδικού ψηφίου και η μάζα του μεταλλεύματος με το νερό ήταν 121,2 g. Η

πυκνότητα του νερού είναι 0,998 g/mL στου 20 ^{o}C. Πόση είναι η πυκνότητα του σιδηρομεταλλεύματος;

Πίνακας 3: Πυκνότητες (ρ) διαφόρων υλικών

Υλικό	***Πυκνότητα ρ (g/mL) στους 27 ^{o}C***
Σίδηρος	7,87
Χαλκός	8,93
Μόλυβδος	11,33
Αλουμίνιο	2,70
Κασσίτερος	7,26
Ψευδάργυρος	7,13
Χρυσός	19,30
Άργυρος	10,49
Χάλυβας	7,75 -7,86
Ορείχαλκος	8,40-8,73
Μπρούτζος	7,40 - 8,90
Ασβεστιτικά αδρανή	1,20-1,80
Μάρμαρο	2,62-2,86
Πυριτικά αδρανή	1,60

Βιβλιογραφία

1. Ebbing D., Gammon S., General Chemistry, Cengage Learning, 11th edition, Boston (2016).
2. Scaife C., Beachley O., Chemistry in the laboratory, Saunders Golden Sunburst Series, 1st edition, USA (1987).
3. Perry R., Green D., Perry's Chemical Engineers' Handbook, McGraw Hill, 6th edition, USA (1984).

Προσδιορισμός Σχετικής Ατομικής Μάζας Μετάλλου

Βασική Θεωρία

Η σχετική ατομική μάζα (A_r) ενός στοιχείου είναι ο λόγος της μέσης μάζας του ατόμου του στοιχείου προς την ατομική μονάδα μάζας (u) ή μονάδα Ντάλτον (Da) η οποία ισούται με το 1/12 της μάζας του ατόμου του ^{12}C (Εξίσωση 1).

$$A_r = \frac{m_{ατόμου}}{m_u} \ , \quad u = \frac{1}{12} \cdot m(^{12}C) \qquad (1)$$

Η **σχετική** ατομική μάζα είναι αδιάστατος αριθμός, δεν συνοδεύεται από μονάδες. Η **απόλυτη** ατομική μάζα είναι η μάζα του στοιχείου εκφρασμένη σε ατομικές μονάδες μάζας. Για παράδειγμα η σχετική ατομική μάζα του οξυγόνου είναι 15,999 και η απόλυτη ατομική μάζα του είναι 15,999 Da ή 15,999u.

Πειραματικά, η σχετική ατομική μάζα ενός στοιχείου μπορεί να προσδιοριστεί από τη στοιχειομετρία μιας αντίδρασης στην οποία συμμετέχει στοιχείο γνωστής σχετικής ατομικής μάζας ή παράγεται αέριο προϊόν.

Πολλά μέταλλα αντιδρούν με οξέα, παράγοντας αέριο υδρογόνο και το αντίστοιχο άλας του μετάλλου, κατά τη γενική αντίδραση:

$$2xM + 2yH_xA \rightarrow 2M_xA_y + xyH_2 \qquad (2)$$

Όπου x είναι το φορτίο του ανιόντος A και y του μεταλλοκατιόντος M.

Ειδικότερα, για το υδροχλωρικό οξύ (HCl) η αντίδραση γίνεται:

$$2M + 2yHCl \rightarrow 2MCl_y + yH_2 \quad (3)$$

Η αντίδραση παράγει χλωριούχο άλας του μετάλλου και αέριο υδρογόνο. Η στοιχειομετρία της αντίδρασης παρουσιάζει την αναλογία των mol.

Ζυγίζοντας συγκεκριμένη μάζα μετάλλου και μετρώντας την μάζα του αερίου υδρογόνου που παράγεται κατά την αντίδραση (2), μπορεί να υπολογισθεί η σχετική ατομική μάζα του μετάλλου. Δεδομένης όμως της πρακτικής

δυσκολίας μέτρησης της μάζας αερίου, είναι προτιμότερο να συλλεχθεί το αέριο και να μετρηθεί ο όγκος του.

Σύμφωνα με την καταστατική εξίσωση των ιδανικών αερίων ισχύει:

$$PV=nRT \qquad (4)$$

Όπου P είναι η πίεση σε ατμόσφαιρες (atm), V ο όγκος του αερίου σε λίτρα (L), n ο αριθμός mol του αερίου, T η θερμοκρασία σε Kelvin (K) και R η παγκόσμια σταθερά των αερίων ($R=0,08206\ L\cdot atm\cdot mol^{-1}\cdot K^{-1}$).

Θεωρώντας ότι το υδρογόνο συμπεριφέρεται ως ιδανικό αέριο και μετρώντας πειραματικά τον όγκο που παράγεται, μπορεί να υπολογιστεί ο αριθμός των mol του υδρογόνου (n_{H2}) από την εξίσωση (4), χρησιμοποιώντας τις πειραματικές συνθήκες θερμοκρασίας και πίεσης. Από τη στοιχειομετρία της αντίδρασης (3) μπορεί να υπολογισθεί ο αριθμός των mol του μετάλλου που αντέδρασε (n_M). Με δεδομένη τη μάζα του μετάλλου m_M που ζυγίσθηκε, υπολογίζεται η γραμμομοριακή μάζα του μετάλλου (M_M) από τη σχέση

$$M_M = m_M/n_M \quad (5)$$

όπου m_M η μάζα του μετάλλου σε γραμμάρια (g), n_M η ποσότητα του μετάλλου σε mol και M_M η γραμμομοριακή μάζα του μετάλλου σε g/mol.

Η σχετική ατομική μάζα (Ar) του μετάλλου είναι ίση με την αριθμητική τιμή της γραμμομοριακής μάζα, όταν η τελευταία εκφράζεται σε g/mol.

Η ποσοστιαία απόκλιση της τιμής που προσδιορίσθηκε πειραματικά υπολογίζεται σύμφωνα με τον τύπο:

$$\text{Ποσοστιαίο σφάλμα} = \frac{|\text{πειραματική τιμή-Θεωρητική τιμή}|}{\text{Θεωρητική τιμή}} \cdot 100 \qquad (6)$$

Η θεωρητική σχετική ατομική μάζα του μετάλλου αναγράφεται στον Περιοδικό Πίνακα.

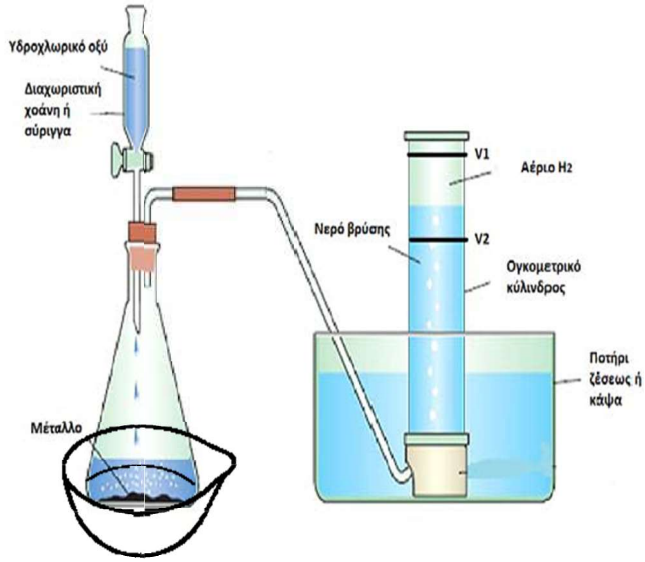
Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι ο πειραματικός προσδιορισμός της σχετικής ατομικής μάζας ενός μετάλλου μέσω της αντίδρασής του με υδροχλωρικό οξύ (HCl).

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
• Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος (HCl) ~3 M και 6M • Αλουμινόχαρτο εμπορίου (Al) • Σκόνη δισθενούς μετάλλου	▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ψηφίων ▪ Σφαιρική φιάλη 100 mL ή υάλινη φιάλη κενού ή κωνική φιάλη με πώμα δύο οπών ▪ Υάλινος σύνδεσμος κεκαμένος σε μέγεθος κατάλληλο για το στόμιο της σφαιρικής φιάλης ή διαχωριστική χοάνη γυάλινη ή σύριγγα πλαστική των 100 mL ▪ Ποτήρι ζέσεως 600 mL ή πλαστικό δοχείου ανάλογου όγκου ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος 250mL ▪ Λαστιχένιος σωλήνας ▪ Κάψα πορσελάνης

1. Συναρμολογείται η διάταξη όπως στο Σχήμα 2 (ή εναλλακτικά στο Σχήμα 1).
2. Γεμίζεται κάψα με νερό βρύσης. Εναλλακτικά, μπορεί να χρησιμοποιηθεί οποιοδήποτε άλλο δοχείο κατάλληλου μεγέθους.
3. Γεμίζεται ο ογκομετρικός κύλινδρος με νερό της βρύσης, καλύπτεται ο κύλινδρος (με το χέρι ή ένα κομμάτι πλαστικό) και αναποδογυρίζεται μέσα στη λεκάνη με το νερό. Στερεώνεται ο κύλινδρος. Προσοχή: ο ογκομετρικός κύλινδρος πρέπει να είναι καλά στερεωμένος όπως επίσης και ο λαστιχένιος σωλήνας.
4. Τοποθετείται η μια άκρη του λαστιχένιου σωλήνα στην έξοδο της γυάλινης φιάλης και η άλλη μέσα στον ογκομετρικό κύλινδρο. Προσοχή: Το μήκος του λαστιχένιου σωλήνα που θα χρησιμοποιηθεί πρέπει να είναι το μικρότερο δυνατό. Ο σωλήνας θα πρέπει να επιτρέπει την ανεμπόδιστη ροή του αερίου καθόλο το μήκος του.

5. Κόβονται μικρά κομμάτια αλουμινόχαρτο. Ζυγίζονται περίπου 0,1 g και καταγράφεται ακριβώς η μάζα και στη συνέχεια τοποθετούνται μέσα στη σφαιρική φιάλη.
6. Η σφαιρική φιάλη ψύχεται με κρύο νερό το οποίο είναι τοποθετημένο μέσα σε κάψα.
7. Προστίθενται 10 mL διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 3Μ στη σφαιρική φιάλη είτε όλη η ποσότητα με ογκομετρικό κύλινδρο και κλείνεται αμέσως ο κεκαμένος σύνδεσμος (Σχήμα 2) είτε σιγά σιγά με τη διαχωριστική φιάλη ή τη σύριγγα (Σχήμα 1). Προσοχή: Κάποια μέταλλα αντιδρούν άμεσα ενώ άλλα απαιτούν χρόνο ολίγων λεπτών. Το παραγόμενο αέριο υδρογόνο θα συσσωρεύεται στον κύλινδρο μετακινώντας το νερό προς τα κάτω. Στην περίπτωση που χρησιμοποιούμε την διαχωριστική φιάλη, όταν σταματήσουν να παράγονται φυσαλίδες, προστίθενται ακόμα 2-3mL δ.HCl.
8. Όταν ολοκληρωθεί η αντίδραση καταγράφεται ο όγκος του αερίου που συλλέχθηκε.
9. Αποσυνδέεται η διάταξη, αφού αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος, ξεπλένεται και επανασυναρμολογείται.
10. Εκτελείται η μέτρηση εις διπλούν επαναλαμβάνοντας τα βήματα 1-9.
11. Ζυγίζονται περίπου 0,2 g σκόνης δισθενούς μετάλλου και καταγράφεται ακριβώς η μάζα. Μεταφέρεται η σκόνη του μετάλλου μέσα στη σφαιρική φιάλη.
12. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 1-10 για τη μεταλλική σκόνη εκτός από το βήμα 6 και στην περίπτωση του αγνώστου μετάλλου χρησιμοποιείται διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 6Μ.



Σχήμα 1: Πειραματική διάταξη με κωνική φιάλη και διαχωριστική χοάνη



Σχήμα 2: Πειραματική διάταξη με σφαιρική φιάλη και κεκαμένο σύνδεσμο

Ερωτήσεις

1. Από την στοιχειομετρία της αντίδρασης να υπολογισθεί ο αριθμός των mol του μετάλλου που αντέδρασε.
2. Να υπολογισθεί η σχετική ατομική μάζα (Ar) του Al και να συγκριθεί με την τιμή από τον Περιοδικό Πίνακα.

3. Να εκτιμηθεί από ποιο μέταλλο αποτελείται η μεταλλική σκόνη που χρησιμοποιήθηκε βασιζόμενη στην πειραματική σχετική ατομική μάζα που υπολογίστηκε και στη σειρά δραστικότητας των μετάλλων.
4. Να υπολογισθεί η ποσοστιαία απόκλιση της μετρηθείσας από την πραγματική τιμή της σχετικής ατομικής μάζας του μετάλλου.

Βιβλιογραφία

1. CRC Handbook of Chemistry & Physics, CRC Press, 91 edition, New York (2010).
2. Ebbing, D. D., & Gammon, S. D., Γενική Χημεία, μτφ. Ελληνικά Κλούρας Ν., Εκδόσεις ΤΡΑΥΛΟΣ, 6η έκδοση,Αθήνα (2002).
3. Atkins, P. W., & Jones, L.Chemical principles: The quest for insight, W.H. Freeman, 1st edition, New York (1999).
4. LDDIDACTIC GmbH Leyboldstr 1 D-50354Hürth http://www.icl-didactica.com/images/imagenes/pdf/ld/chemistry_experiments.pdf

Διαχωρισμός Στερεού – Υγρού
Σχηματισμός και διαχωρισμός κρυσταλλικών και πηγματωδών ιζημάτων

Βασική Θεωρία

Όταν ένας δυσδιάλυτος ή ελαφρώς διαλυτός ηλεκτρολύτης διαλύεται σε ένα διαλύτη λαμβάνει χώρα η αντίδραση (1):

$$A_xB_{y(s)} \leftrightarrow xA^{y+}_{(aq)} + yB^{x-}_{(aq)} \qquad (1)$$

Η σταθερά ισορροπίας για την παραπάνω αντίδραση μπορεί να γραφεί:

$$K=[A^{y+}]^x[B^{x-}]^y/[A_xB_y] \qquad (2)$$

Οι ουσίες δεν διαλύονται απεριόριστα σε ένα διαλύτη. Η μέγιστη ποσότητα της ουσίας που μπορεί να διαλυθεί σε συγκεκριμένο όγκο διαλύτη, σε ορισμένη θερμοκρασία, ονομάζεται διαλυτότητα (s) της ουσίας στον συγκεκριμένο διαλύτη. Όταν ένα διάλυμα περιέχει τη μέγιστη ποσότητα διαλυμένης ουσίας και βρίσκεται σε ισορροπία με ποσότητα αδιάλυτης ουσίας ονομάζεται κορεσμένο. Αν προσθέσουμε σε ένα κορεσμένο διάλυμα επιπλέον ποσότητα διαλυμένης ουσίας, αυτή δεν θα διαλυθεί αλλά θα καταβυθιστεί ως αδιάλυτο στερεό (ίζημα). Στα κορεσμένα διαλύματα η συγκέντρωση του στερεού είναι σταθερή και μπορεί να συγχωνευτεί με την σταθερά *K*, επομένως, η σχέση (2) γίνεται:

$$K_{sp} = [A^{y+}]^x[B^{x-}]^y \qquad (3)$$

Η παραπάνω σταθερά K_{sp} ονομάζεται σταθερά γινομένου διαλυτότητας (solubility product constant) και εξαρτάται μόνο από τη θερμοκρασία και τη φύση της ουσίας. Για να πραγματοποιηθεί καταβύθιση και να σχηματιστεί ίζημα μίας ουσίας, το γινόμενο των συγκεντρώσεων των ιόντων στο διάλυμα, λαμβανομένων με εκθέτες τους συντελεστές της αντίδρασης διάστασης, πρέπει να καταστεί μεγαλύτερο της σταθεράς γινομένου διαλυτότητας της προς καταβύθιση ουσίας. Επομένως, η αναγκαία συνθήκη για να καταβυθιστεί ένα ίζημα είναι:

$$[A^+]^x[B^-]^y \geq K_{sp} \qquad (4)$$

Η χημική αντίδραση με την οποία πραγματοποιείται η καταβύθιση ονομάζεται αντίδραση καταβύθισης. Η κινούσα δύναμη μιας αντίδρασης καταβύθισης οφείλεται στην ισχυρή έλξη μεταξύ των κατιόντων και των

ανιόντων, με αποτέλεσμα την απομάκρυνσή τους από το διάλυμα και το σχηματισμό ιζήματος.

Κατά τις αντιδράσεις καταβύθισης ενδέχεται να σχηματίζονται κρυσταλλικά ή μικροκρυσταλλικά, κοκκώδη, πηγματώδη ή ζελατινώδη κ.α. ιζήματα ή ακόμη και κολλοειδή διαλύματα.

Στα πηγματώδη ιζήματα τα ιόντα ή τα μόρια δεν εντάσσονται σε ορισμένες θέσεις πλέγματος, αλλά αποτελούν δομικά στοιχεία ενός πολύμορφου συμπλέγματος που στον χώρο μπορεί να πάρει τη μορφή αλυσίδων διαφόρου μήκους, τη μορφή συμπλέγματος αλυσίδων, ή ακόμα συγκροτημάτων τρισδιάστατης μορφής. Ένα πηγματώδες ίζημα είναι ογκώδες και κατά συνέπεια αιωρείται στο διάλυμα χωρίς την επιβολή ιδιαιτέρων εξωτερικών παραγόντων.

Στα κρυσταλλικά ιζήματα τα σωματίδια είναι διευθετημένα σε συγκεκριμένες θέσεις στο χώρο σχηματίζοντας το κρυσταλλικό πλέγμα. Το πλέγμα αυτό προκύπτει από την επανάληψη της στοιχειώδους κυψελίδας προς όλες τις κατευθύνσεις, με αποτέλεσμα να δημιουργείται μία συγκεκριμένη γεωμετρική μορφή.

Γενικά, στα κορεσμένα διαλύματα, η ανάπτυξη του κρυστάλλου πραγματοποιείται γρηγορότερα. Οι δύο κύριοι παράγοντες που καθορίζουν το ρυθμό ανάπτυξης των κρυστάλλων είναι η διάχυση και η καθίζηση των ιόντων ή των μορίων στην επιφάνεια του κρυστάλλου. Οι δύο αυτοί παράγοντες εξαρτώνται από τη θερμοκρασία, την ανάδευση, τη συγκέντρωση αλλά και το είδος των μορίων και των ιόντων του διαλύματος, την επιφάνεια και τη γεωμετρική μορφή του κρυστάλλου. Επομένως, αποτελούν και τις παραμέτρους που θα πρέπει να ελεγχθούν κατά την δημιουργία του ιζήματος.

Ο διαχωρισμός του στερεού ιζήματος από το υγρό διήθημα μπορεί να πραγματοποιηθεί με τις συνήθεις εργαστηριακές τεχνικές διαχωρισμού στερεού από υγρό, οι οποίες περιλαμβάνουν την απόχυση, τη διήθηση και τη φυγοκέντρηση. Ο διαχωρισμός ενός κρυσταλλικού ιζήματος από το διήθημα είναι πολύ εύκολος τόσο με διήθηση όσο και με φυγοκέντρηση, αντίθετα το πηγματώδες ίζημα μπορεί να παραληφθεί κυρίως με φυγοκέντρηση.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η καταβύθιση και η παραλαβή κρυσταλλικού και πηγματώδους ιζήματος, με διήθηση και φυγοκέντρηση, αντίστοιχα.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
• $Pb(NO_3)_2$ • KI • $FeCl_3 \cdot xH_2O$ • Πυκνό διάλυμα NH_3 • glacial CH_3COOH	▪ Ποτήρια ζέσεως 100 ή 250 mL ▪ Σπαθίδα ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος ▪ Υάλινη ράβδος ▪ Διάταξη διήθησης ▪ Ύαλος ωρολογίου ▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ψηφίων ▪ Συσκευή φυγοκέντρησης ▪ Ηθμός διήθησης λευκής ταινίας

Καταβύθιση και ποσοτική παραλαβή κρυσταλλικού ιζήματος PbI_2

1. Διαλυτοποιείται 0,50 g στερεού $Pb(NO_3)_2$ σε 25 mL απιονισμένου νερού
2. Διαλυτοποιείται 0,50 g στερεού KI σε 25 mL απιονισμένου νερού
3. Αναμιγνύονται τα δύο διαλύματα σιγά σιγά και υπό συνεχή ανάδευση.
4. Συναρμολογείται η διάταξη διήθησης σύμφωνα με το Σχήμα 1.
5. Πραγματοποιείται η διήθηση του διαλύματος και παραλαμβάνεται το ίζημα PbI_2 ($K_{sp}=8 \cdot 10^{-9}$ στους 25°C) σε προ-ζυγισμένο ηθμό διήθησης λευκής ταινίας.
6. Το ποτήρι ζέσεως και η γυάλινη ράβδος εκπλένονται με μικρές ποσότητες ψυχρού απιονισμένου νερού. Τα εκπλύματα μεταφέρονται στον ηθμό.
7. Το ίζημα εκπλένεται με μικρές ποσότητες ψυχρού απιονισμένου νερού για την απομάκρυνση των υδατοδιαλυτών προσμίξεων.
8. Ο ηθμός με το ίζημα τοποθετείται ανοιχτός πάνω σε ύαλο ωρολογίου και μεταφέρεται στο πυριατήριο προς ξήρανση στους 105°C για 30 λεπτά ή μέχρι σταθερού μάζας.
9. Στη συνέχεια η ύαλος ωρολογίου τοποθετείται σε ξηραντήρα έως ότου αποκτήσει θερμοκρασία περιβάλλοντος.
10. Ο ηθμός με το ίζημα ζυγίζονται σε ζυγό ακριβείας δύο δεκαδικών ψηφίων.
11. Τα ιζήματα των αλάτων μολύβδου απορρίπτονται στις ειδικές φιάλες αποβλήτων στους απαγωγούς του εργαστηρίου.

Πείραμα επίδειξης: Ποιοτική παραλαβή κρυσταλλικού ιζήματος PbI_2

1. Ζυγίζονται σε χαρτί ζυγίσεως 0,20 g στερεού $Pb(NO_3)_2$.
2. Ζυγίζονται σε χαρτί ζυγίσεως 0,20 g στερεού KI.
3. Τα δύο στερεά αναμιγνύονται εντός δοκιμαστικού σωλήνα ή μικρού ποτηριού ζέσεως.
4. Θερμαίνονται μέχρι βρασμού 100 mL νερού.
5. Προστίθενται τα δύο στερεά υπό συνεχή ανάδευση στα 100 mL ζεστού νερού καθώς και 1 mL οξικού οξέος (glacial CH_3COOH).
6. Συνεχίζεται η θέρμανση του διαλύματος μέχρι να καταστεί διαυγές.
7. Μόλις το διάλυμα καταστεί διαυγές αφήνεται να ψυχθεί σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.

Καταβύθιση και παραλαβή πηγματώδους ιζήματος $Fe(OH)_3$

1. Διαλυτοποιείται 1,00 g στερεού $FeCl_3 \cdot xH_2O$ σε 25 mL απιονισμένου νερού.
2. Στο παραπάνω διάλυμα, στον χώρο του απαγωγού, προστίθεται σιγά σιγά με σταγονόμετρο πυκνό υδατικό διάλυμα αμμωνίας NH_3 μέχρι να παρατηρηθεί ο σχηματισμός καστανέρυθρου ιζήματος $Fe(OH)_3$ (όχι πάνω από 5 mL).
3. Το μίγμα μεταφέρεται σε δύο σωλήνες φυγοκέντρησης, προσέχοντας να μεταφερθούν ίσες ποσότητες στους δύο σωλήνες. Οι σωλήνες τοποθετούνται στη συσκευή φυγοκέντρησης αντιδιαμετρικά και η συσκευή τίθεται σε λειτουργία για περίπου 2 λεπτά.
4. Μετά τη φυγοκέντρηση το υπερκείμενο υγρό αποχύνεται, ενώ το ίζημα $Fe(OH)_3$ (K_{sp}= $2,6 \cdot 10^{-39}$ στους 25 ^oC) παραμένει στον πυθμένα του σωλήνα.



Σχήμα 1: Διάταξη διήθησης

Ερωτήσεις

1. Να δοθούν οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται κατά την ανάμειξη των διαλυμάτων.
2. Να υπολογιστεί η απόδοση της παραγωγής του PbI_2.
3. Πως μπορεί να γίνει ταυτοποίηση των ιζημάτων που παρασκευάστηκαν;
4. Γιατί καταβυθίζεται PbI_2; Να δοθεί απάντηση με βάσει τον Πίνακα 1.
5. Ποιες διαφορές παρατηρούνται μεταξύ των ιζημάτων PbI_2 που δημιουργούνται: α. μόνο με ανάδευση των αντιδραστηρίων (1ο πείραμα), β. με διάλυση και καταβύθιση (2ο πείραμα).
6. Αν μετά την καταβύθιση του PbI_2, στο 1ο πείραμα, το διάλυμα θερμαινόταν στους 100^oC θα μπορούσε να καταστεί το διάλυμα διαυγές;
7. Πώς αλλιώς θα μπορούσε να παραληφθεί το πηγματώδες ίζημα εκτός από την τεχνική της φυγοκέντρησης.

Πίνακας 1: Διαλυτότητες αλάτων σε νερό στους 25 ^oC

Χημική ένωση	Διαλυτότητα (g/100 mL)
$Fe(OH)_3$	0,000052(20^oC)
$FeCl_3$	65,0
$Pb(NO_3)_2$	59,7
KI	148
PbI_2	0,076 0,41 (100 °C)

Βιβλιογραφία

1. Sharma G., Kumar A., Sharma S., Naushad Mu., Dwivedi P. R., Alothman A. Z., Mola T. G., Novel development of nanoparticles to bimetallic nanoparticles and their composites: A review, Journal of King Saud University - Science, Volume 31, Issue 2, Pages 257-269, 2019.
2. Advances in Water Purification Techniques, Meeting the Needs of Developed and Developing Countries, Editor: Satinder Ahuja, 1st edition Elsevier, Amsterdam (2019).

3. Chemical precipitation processes for the treatment of aqueous radioactive waste, Technical Reports Series No 337, International Atomic Energy Agency, Vienna (Austria), 1992.
4. Πνευματικάκης Γ., Μητσοπούλου Χ., Μεθενίτης Κ., Βασικές Αρχές Ανόργανης Χημείας, εκδόσεις Αθ. Σταμούλης, 1η έκδοση, Αθήνα (2006).
5. Θεμελής Γ. Δ., Βασικές Αρχές Αναλυτικής Χημείας, εκδόσεις Ζήτη, 4η έκδοση, Αθήνα (2015).
6. Λιοδάκη Σ., Εφαρμοσμένη Ανόργανη Χημεία, Επιστημονικές Εκδόσεις Παρισιάνου ΑΕ, 1η έκδοση, Αθήνα (2003).
7. Pietrzyk D., Frank C., Analytical Chemistry, Academic Press, Second Edition, New York (1979).
8. Παρισάκης Γ., Ανόργανη Πειραματική Χημεία, εκδόσεις Παπασωτηρίου, 1η έκδοση, Αθήνα (1995).

Κλασματική κρυστάλλωση-Ανακρυστάλλωση

Βασική Θεωρία

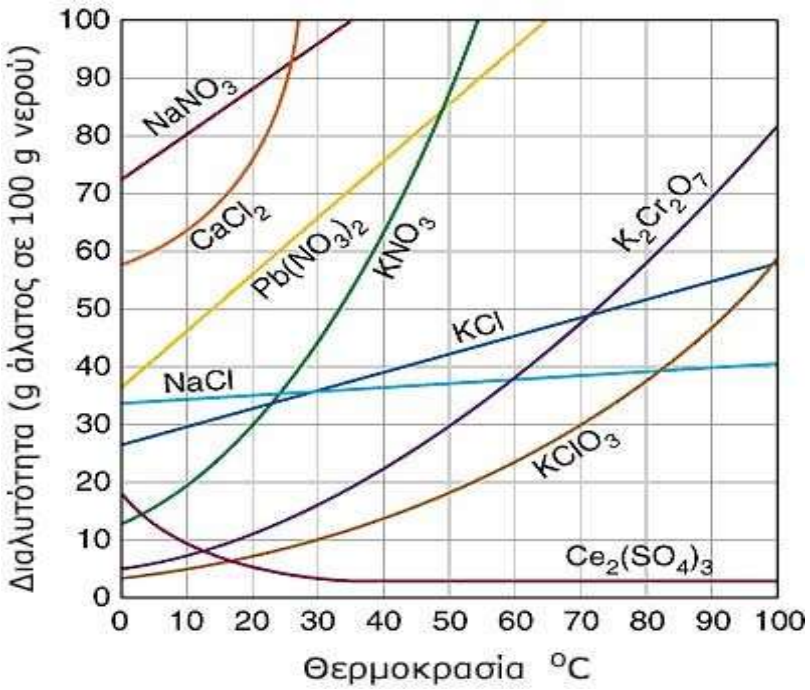
Κατά την παραγωγική διαδικασία μιας χημικής βιομηχανίας, οι πιο συχνά παρατηρούμενες διεργασίες είναι **διαχωρισμοί** κατά τους οποίους από ένα μίγμα λαμβάνονται δύο ή περισσότερα προϊόντα διαφορετικής σύστασης ή διαφορετικών φυσικών ιδιοτήτων. Ειδικότερα, στους φυσικούς διαχωρισμούς όπου ο σχηματισμός προϊόντων είναι αποτέλεσμα μεταφοράς μάζας, τα προς διαχωρισμό συστατικά θα πρέπει να διαφέρουν ως προς μία χαρακτηριστική ιδιότητα με βάση την οποία διαχωρίζονται (**παράγοντας διαχωρισμού**). Στον Πίνακα 1 αναγράφονται ορισμένα παραδείγματα διαχωρισμών.

Πίνακας 1: Κατάταξη διαχωρισμών.

Διαχωρισμός	***Ιδιότητα Διαχωρισμού***	***Εφαρμογή***
	Υγρού – Υγρού	
Απόσταξη	Σχετική πτητικότητα	Πετρελαιοειδή
Εκχύλιση	Εκλεκτική διαλυτότητα	Ακόρεστοι Υδρογονάνθρακες
	Υγρού – Στερεού	
Καθίζηση	Διαφορά ειδικού βάρους	Απομάκρυνση στερεού αδιάλυτου σε υγρό
Διήθηση	Μέγεθος κόκκων	Καθαρισμός υγρών
Φυγοκέντρηση	Διαφορά πυκνότητας	Παραλαβή πηγματωδών ιζημάτων
Ξήρανση	Πτητικότητα υγρού	Ξήρανση τροφών
Κρυστάλλωση	Διαλυτότητα στερεών	Παραγωγή ζάχαρης
	Στερεού – Στερεού	
Κοσκίνιση	Μέγεθος σωματιδίων	Βιομηχανία τσιμέντου
Μαγνητικοί διαχ.	Μαγνητικές ιδιότητες	Διαχωρισμός Fe
Επίπλευση	Προσκόλληση σωματιδίων σε φυσαλίδες	Εμπλουτισμός μεταλλευμάτων
Εξάχνωση	Μεγάλη τάση ατμών	Καθαρισμός μετάλλων

Η απομάκρυνση ενός συστατικού από ένα διάλυμα, με τη μορφή στερεών κρυσταλλικών σωματιδίων, ονομάζεται **κρυστάλλωση.** Κρυστάλλωση προκύπτει όταν μειώνεται η διαλυτότητα ενός συστατικού, γεγονός που συμβαίνει συνήθως με μεταβολή της θερμοκρασίας. Χαρακτηριστικές εφαρμογές της κρυστάλλωσης στην πράξη είναι η παραλαβή του χλωριούχου νατρίου (αλάτι) από το θαλασσινό νερό και της ζάχαρης από τα ζαχαρότευτλα.

Η διαλυτότητα μιας ουσίας δεν αυξάνεται πάντα με αύξηση της θερμοκρασίας. Η επίδραση της θερμοκρασίας στη διαλυτότητα μιας ουσίας εξαρτάται από το αν η διαλυτοποίηση της ουσίας είναι εξώθερμη ή ενδόθερμη. Έτσι, αν για το σχηματισμό κορεσμένου διαλύματος της ουσίας, απορροφάται θερμότητα από το σύστημα, παρατηρείται αύξηση της διαλυτότητας με άνοδο της θερμοκρασίας. Αντίθετα, αν εκλύεται ποσό θερμότητας κατά την δημιουργία του κορεσμένου διαλύματος μιας ουσίας, παρατηρείται μείωση της διαλυτότητας με άνοδο της θερμοκρασίας (Σχήμα 1).



Σχήμα 1: Μεταβολή της διαλυτότητας αλάτων σε σχέση με τη θερμοκρασία.

Η κρυστάλλωση μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τον **διαχωρισμό των συστατικών ενός στερεού μίγματος**. Σε αυτή την περίπτωση ο διαχωρισμός των συστατικών βασίζεται στη διαφορετική εξάρτηση της διαλυτότητας των συστατικών από τη θερμοκρασία. Τα στάδια του διαχωρισμού του μίγματος με κρυστάλλωση είναι:

i. πλήρης διαλυτοποίηση του μίγματος σε κατάλληλο διαλύτη συνηθώς σε αυξημένη θερμοκρασία
ii. ψύξη του διαλύματος σε θερμοκρασία στην οποία η διαλυτότητα των συστατικών παρουσιάζει σημαντική διαφορά
iii. Κρυστάλλωση του συστατικού με την μικρότερη διαλυτότητα στη χαμηλή θερμοκρασία
iv. Απομάκρυνση των παραγόμενων κρυστάλλων από το μητρικό υγρό με διήθηση

Ανακρυστάλλωση ονομάζεται η διαλυτοποίηση μίας κρυσταλλικής ουσίας και η ελεγχόμενη επανακρυστάλλωση της με σκοπό την απομάκρυνση πιθανών προσμίξεων (καθαρισμός).

Η κλασματική κρυστάλλωση επιτρέπει το διαχωρισμό δύο ή περισσότερων στερεών ουσιών που είναι διαλυμένες στο ίδιο υγρό, εκμεταλευόμενοι το γεγονός ότι κάθε ουσία κρυσταλλώνεται σε διαφορετικό χρόνο καθώς το διάλυμα ψύχεται. Καθώς το διάλυμα ψύχεται σταδιακά, η ουσία με τη μικρότερη διαλυτότητα φτάνει πρώτη σε κορεσμό και αρχίζει να σχηματίζει κρυστάλλους. Οι κρύσταλλοι αυτοί απομακρύνονται με διήθηση αφήνοντας τις υπόλοιπες ουσίες διαλυμένες στο υγρό. Η διαδικασία επαναλαμβάνεται σε στάδια για την παραλαβή κάθε συστατικού ξεχωριστά.

1. Ανακρυστάλλωση - Καθαρισμός KIO_3

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι ο καθαρισμός KIO_3 από προσμίξεις NaCl με ανακρυστάλλωση του KIO_3.

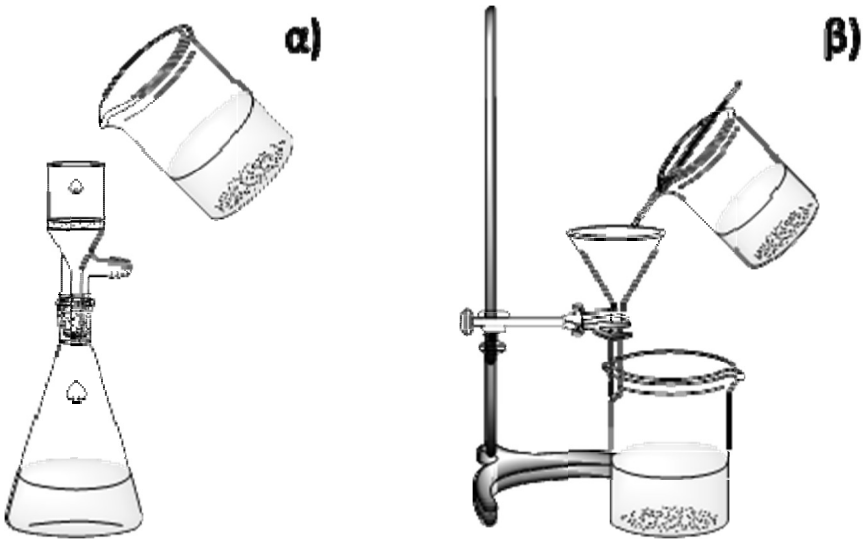
Πειραματική Διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Μίγμα KIO_3 - NaCl	• Ποτήρια ζέσεως • Κωνικές φιάλες • Διάταξη διήθησης υπό

κενό
- Υάλινος ηθμός Gooch G3
- Λύχνος Bunsen
- Σωλήνας σύνδεσης με λύχνο

---

1. Ζυγίζονται 4 g μίγματος.
2. Υπολογίζεται η ελάχιστη ποσότητα θερμού νερού που απαιτείται για την διαλυτοποίηση του μίγματος.
3. Θερμαίνεται απιονισμένο νερό σε ποτήρι ζέσεως.
4. Διαλυτοποιούνται τα 4 g μίγματος στην ελάχιστη δυνατή ποσότητα θερμού νερού.
5. Το διάλυμα ψύχεται αργά σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Κατά την ψύξη καθιζάνει ίζημα KIO_3.
6. Ακολουθεί διήθηση του διαλύματος υπό κενό. Χρησιμοποιείται προζυγισμένος γυάλινος ηθμός Gooch G3 (Σχήμα 2).
7. Πραγματοποιείται έκπλυση του ιζήματος με μικρή ποσότητα, το πολύ 10 mL, ψυχρού νερού. Να ληφθεί υπόψη ότι η διαλυτότητα του KIO_3 στο νερό είναι 5,2g / 100 mL (4^oC).
8. Ο ηθμός τοποθετείται στο πυριατήριο προς ξήρανση (105 ^oC για περίπου 20 min).
9. Ο ηθμός ψύχεται σε ξηραντήρα και ζυγίζεται μέχρι εύρεσης σταθερής μάζας.



Σχήμα 2: (α) Διάταξη διήθησης με ηθμό Gooch G3 και (β) χωνί διήθησης

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Να σχεδιάσετε το διάγραμμα ροής της πειραματικής διαδικασίας.

Να δικαιολογήσετε την επιλογή των συνθηκών διαλυτοποίησης και διαχωρισμού. Δίνεται η διαλυτότητα των συστατικών σε νερό:

KIO_3: 7,5 g/100 mL(20°C), 32,2 g/100 mL(100°C)

NaCl: 36 g/100 mL (20°C), 39,8 g/ 100mL(100°C)

Τι ενώσεις και σε τι ποσότητες αναμένονται να υπάρχουν στα ιζήματα και διηθήματα;
Να υπολογίσετε τη θεωρητική ανάκτηση του KIO_3 και να τη συγκρίνετε με την πειραματική.

2. Κλασματική κρυστάλλωση - Διαχωρισμός μίγματος $Cu(NO_3)_2 – KNO_3$

Αντικείμενο της άσκησης είναι ο διαχωρισμός μίγματος $Cu(NO_3)_2$ - KNO_3 2:5 και η παραλαβή των συστατικών του.

Πειραματική Διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
• Μίγμα $Cu(NO_3)_2$ - KNO_3	• Ποτήρια ζέσεως • Κωνικές φιάλες • Διάταξη διήθησης υπό κενό • Υάλινος ηθμός Gooch G3 • Λύχνος Bunsen • Σωλήνας σύνδεσης με λύχνο

1. Ζυγίζονται 7g μίγματος
2. Θερμαίνεται απιονισμένο νερό σε ποτήρι ζέσεως.
3. Διαλυτοποιούνται τα 7g μίγματος στην ελάχιστη δυνατή ποσότητα θερμού νερού.
4. Το διάλυμα τοποθετείται σε λουτρό πάγου. Κατά την ψύξη καθιζάνει ίζημα.
5. Ακολουθεί διήθηση του διαλύματος υπό κενό. Χρησιμοποιείται προζυγισμένος γυάλινος ηθμός Gooch G3.
6. Πραγματοποιείται έκπλυση του ιζήματος με μικρή ποσότητα

ψυχρού νερού.

7. Ο ηθμός τοποθετείται στο πυριατήριο προς ξήρανση (105 ^{o}C για περίπου 20 min).
8. Ο ηθμός ψύχεται σε ξηραντήρα και ζυγίζεται μέχρι εύρεσης σταθερής μάζας.
9. Το διήθημα συμπυκνώνεται με ήπια θέρμανση μέχρι σχηματισμού μιας λεπτής στρώσης γέλης (gel)
10. Η γέλη διαλυτοποιείται στην ελάχιστη ποσότητα θερμού νερού
11. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 3 έως 9.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Να σχεδιάσετε το διάγραμμα ροής της πειραματικής διαδικασίας.

Να δικαιολογήσετε την επιλογή των συνθηκών διαλυτοποίησης και διαχωρισμού. Δίνεται η διαλυτότητα των συστατικών σε νερό:

$Cu(NO_3)_2$: 381 g/100 mL (20 °C), 666 g/100 mL (100 °C)

$KN0_3$: 31,6 g/100 mL (20 °C), 246 g/100 mL (100 °C)

Τι ενώσεις και σε τι ποσότητες αναμένονται να υπάρχουν στα ιζήματα και διηθήματα;
Να υπολογίσετε τη θεωρητική ανάκτηση των συστατικών και να τη συγκρίνετε με την πειραματική.

Ερωτήσεις

Δίνεται μίγμα 2 στερεών ουσιών Α και Β με σύσταση 50% Α και 50% Β (w/w). Οι διαλυτότητα των Α και Β στο νερό είναι:

A: 10 g/100 mL (20 °C), 50 g/100 mL (100 °C)
B: 10 g/100 mL (20 °C), 10 g/100 mL (100 °C)

- Να περιγράψετε τα βήματα διαχωρισμού των Α και Β
- Να σχεδιάσετε το διάγραμμα ροής του διαχωρισμού
- Να δώσετε τα ποσοτικά αποτελέσματα του διαχωρισμού για τις συνθήκες που επιλέξατε και να αξιολογήσετε την αποτελεσματικότητά του

Βιβλιογραφία

1. Παρισάκης Γ., Ανόργανη Πειραματική Χημεία, εκδόσεις

Παπασωτηρίου, 1η έκδοση, Αθήνα (1995).

2. Mullin J., Crystallization, 3nd ed., Butterworths, London (1992).
3. Schwitzer A.P., Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers, 2nd ed., McGraw – Hill, New York (1984).
4. Perry H. R., Green D., Perry's Chemical Engineers Handbook, 6th ed., McGraw – Hill, New York (1984).

Διαχωρισμός Στερεών με Εξάχνωση
Διαχωρισμός μίγματος NH_4Cl - NaCl

Βασική Θεωρία

Εξάχνωση (sublimation) ονομάζεται η απευθείας μετάβαση μιας στερεάς ουσίας στην αέρια φάση, χωρίς να μεσολαβεί η υγρή φάση, χωρίς δηλαδή να τήκεται. Η αντίστροφη διεργασία ονομάζεται απόθεση (deposition).

Η εξάχνωση είναι μια ενδόθερμη διεργασία και θα μπορούσε να παρασταθεί με την ακόλουθη θερμοχημική εξίσωση:

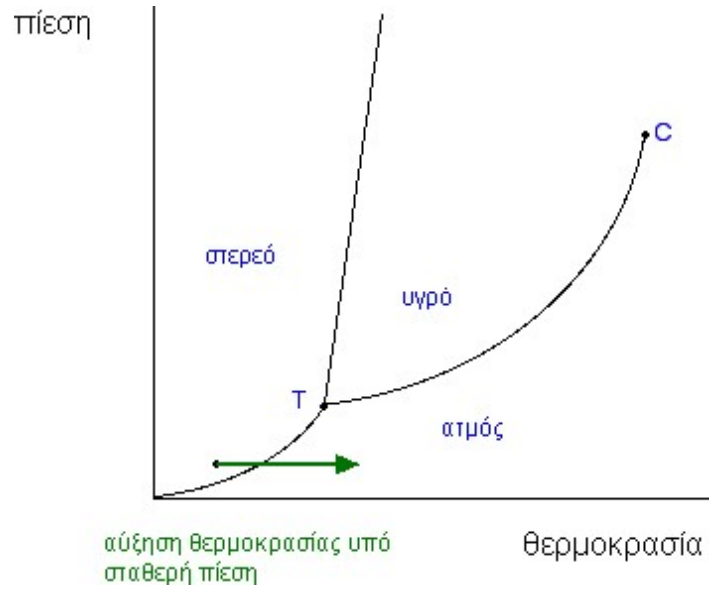
$$\text{Στερεό} + Q \rightarrow \text{Αέριο} \qquad (Q=\Delta H_{\text{εξάχνωσης}})$$

όπου $\Delta H_{\text{εξάχνωσης}}>0$ είναι η ενθαλπία εξάχνωσης.

Οι συνθήκες πίεσης και θερμοκρασίας κάτω από τις οποίες μπορεί να εξαχνωθεί μια ουσία μπορούν να προβλεφθούν από το διάγραμμα ισορροπίας φάσεων (phase equilibrium diagram). Το διάγραμμα ισορροπίας φάσεων μιας καθαρής ουσίας (στοιχείου ή χημικής ένωσης) δείχνει τις φάσεις της ουσίας που είναι θερμοδυναμικά σταθερές υπό συγκεκριμένες συνθήκες θερμοκρασίας και πίεσης (Σχήμα 1). Στο διάγραμμα του Σχήματος 1 υπάρχουν τρεις περιοχές «στερεό», «υγρό» και «αέριο» που καθορίζουν τις συνθήκες πίεσης και θερμοκρασίας στις οποίες η ουσία βρίσκεται στη στερεά, υγρή και αέρια κατάσταση, αντίστοιχα. Τα όρια μεταξύ δύο φάσεων δείχνουν τις συνθήκες υπό τις οποίες δύο διαφορετικές φάσεις βρίσκονται σε ισορροπία και γι' αυτό αποκαλούνται καμπύλες ισορροπίας. Το σημείο Τ καθορίζει την πίεση και θερμοκρασίας όπου η στερεά, η υγρή και η αέρια κατάσταση μιας ουσίας βρίσκονται σε ισορροπία και ονομάζεται Τριπλό Σημείο (Triple point).

Από το διάγραμμα φάσεων είναι προφανές ότι για να είναι δυνατή η εξάχνωση μιας ουσίας θα πρέπει η πίεση στην οποία βρίσκεται να είναι μικρότερη της πίεσης που αντιστοιχεί στο τριπλό σημείο. Σε αυτή την περίπτωση, ένα στερεό με αύξηση της θερμοκρασίας υπό σταθερή πίεση μπορεί να μεταβεί απευθείας στην αέρια κατάσταση χωρίς να περάσει από την υγρή (Σχήμα 1, βέλος). Για τις περισσότερες ουσίες η εξάχνωση πραγματοποιείται σε πίεση μικρότερη από την ατμοσφαιρική. Αντίθετα, ο ξηρός πάγος (στερεό CO_2) είναι μια από τις λίγες ουσίες που εξαχνώνονται σε ατμοσφαιρικές συνθήκες πίεσης και θερμοκρασίας αφού το τριπλό

σημείο του αντιστοιχεί σε πίεση 5,1 atm και θερμοκρασία -56,4 ^{o}C. Ομοίως, το NH_4Cl δύναται να εξαχνωθεί σε ατμοσφαιρική πίεση με αύξηση της θερμοκρασίας καθώς το τριπλό σημείο αντιστοιχεί σε πίεση 34,5 atm.



Σχήμα 1: Διάγραμμα ισορροπίας φάσεων καθαρών ουσιών.

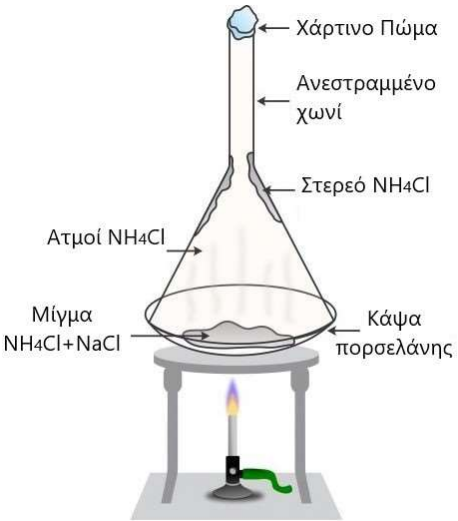
Τα στερεά που επιδέχονται εξάχνωση είναι αυτά που χαρακτηρίζονται από σχετικά υψηλή πτητικότητα (Volatility). Η πτητικότητα είναι ένα χαρακτηριστικό της ύλης που περιγράφει την ευκολία με την οποία ένα στερεό ή υγρό μεταβαίνει στην αέρια κατάσταση και αυξάνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας. Ως μέτρο της πτητικότητας χρησιμοποιείται η Τάση Ατμών (Vapor Pressure). Τα μοριακά στερεά έχουν την τάση να εμφανίζουν μεγαλύτερη πτητικότητα σε σχέση με τα ιοντικά και επιδέχονται ευκολότερα εξάχνωση. Αυτό συμβαίνει γιατί στα μοριακά στερεά αναπτύσσονται συνήθως ασθενέστερες διαμοριακές ελκτικές δυνάμεις σε σχέση με τις ελκτικές δυνάμεις που συγκρατούν τα ιόντα στο κρυσταλλικό πλέγμα των περισσότερων ανόργανων αλάτων. Συνεπώς είναι ευκολότερο να μεταβούν τα μόριά τους στην αέρια κατάσταση κάτω από τις κατάλληλες συνθήκες. Παραδείγματα μοριακών στερεών με σημαντική πτητικότητα είναι το I_2 (τάση ατμών= 0,17 mmHg στους 20 ^{o}C) και η καμφορά (0,2 mmHg στους 20 ^{o}C).

Η τεχνική της εξάχνωσης μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τον διαχωρισμό

μιγμάτων με την προϋπόθεση ότι τα συστατικά του μίγματος εμφανίζουν διαφορετικές πτητικότητες. Επίσης, χρησιμοποιείται για την παραλαβή ουσιών υψηλής καθαρότητας με την προϋπόθεση ότι η προς καθαρισμό ένωση είναι σημαντικά πιο πτητική από τις προσμίξεις της.

Στο φαινόμενο της εξάχνωσης βασίζεται επίσης η τεχνική της λυοφιλίωσης ή ψυχρής ξήρανσης (lyophilisation, freeze-dry) που εφαρμόζεται για την ξήρανση ουσιών που είναι θερμικά ασταθείς. Κατά την λυοφιλίωση, το προς ξήρανση υλικό καταψύχεται με αποτέλεσμα το περιεχόμενο νερό να μετατραπεί σε πάγο, στη συνέχεια μειώνεται η πίεση και ο πάγος απομακρύνεται με εξάχνωση. Η μέθοδος εφαρμόζεται ευρέως στη βιομηχανία τροφίμων για την παραγωγή σκόνης γάλακτος, καφέ κ.α.

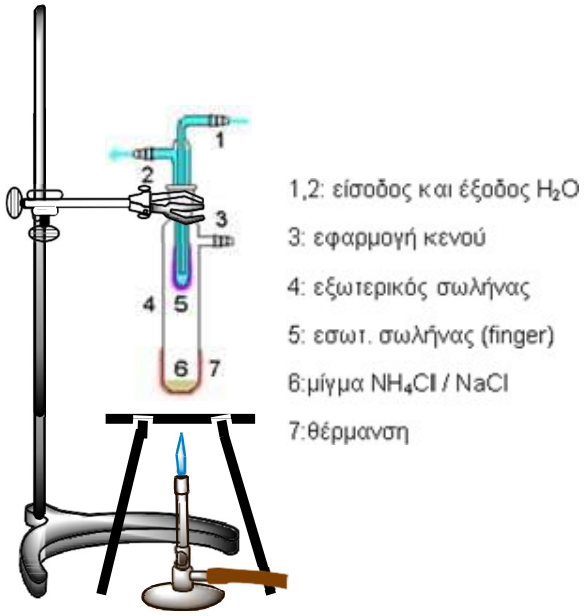
Εργαστηριακά, η τεχνική της εξάχνωσης μπορεί να πραγματοποιηθεί με διάφορες συσκευές. Μια απλή διάταξη για την εξάχνωση σε ατμοσφαιρική πίεση φαίνεται στο Σχήμα 2.



Σχήμα 2: Διάταξη εξάχνωσης σε ατμοσφαιρική πίεση

Το ακάθαρτο στερεό ή το μίγμα των ουσιών τοποθετείται σε κάψα πορσελάνης. Πάνω από την κάψα τοποθετείται ένα ανεστραμμένο χωνί με σφραγισμένο στέλεχος. Το υλικό θερμαίνεται ήπια και οι ατμοί της πιο πτητικής ουσίας αρχίζουν να σχηματίζονται. Κατά την επαφή τους με την εσωτερική επιφάνεια του χωνιού ψύχονται και πραγματοποιείται απόθεση τους σε αυτήν.

Για την εξάχνωση σε ελαττωμένη πίεση χρησιμοποιείται η συσκευή του Σχήματος 3.



Σχήμα 3: Συσκευή εξάχνωσης υπό ελαττωμένη πίεση.

Το ακάθαρτο στερεό τοποθετείται στον εξωτερικό σωλήνα της συσκευής εξάχνωσης (Σχήμα 3), ελαττώνεται η πίεση και θερμαίνεται ήπια. Ταυτόχρονα στον εσωτερικό σωλήνα της συσκευής (finger) κυκλοφορεί νερό. Η πιο πτητική ένωση, πλέον σε αέρια φάση, συμπυκνώνεται και αποτίθεται υπό τη μορφή κρυστάλλων στη ψυχρή επιφάνεια του εσωτερικού σωλήνα. Η διαδικασία επαναλαμβάνεται σε περιπτώσεις που απαιτείται υψηλή καθαρότητα.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι ο διαχωρισμός μίγματος στερεών ουσιών με την τεχνική της εξάχνωσης και συγκεκριμένα ο διαχωρισμός μίγματος NH_4Cl - NaCl και η παραλαβή του NH_4Cl.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• NH_4Cl • NaCl	• Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών

	• Σπαθίδα • Μεταλλικός τρίποδας • Πυρίμαχο πλέγμα • Λύχνος Bunsen • Συσκευή εξάχνωσης • Λαστιχένιοι σωλήνες • Υδραντλία κενού • Μεταλλικά στηρίγματα • Ηλεκτρονικός αναλυτικός ζυγός • Πυρίμαχο γυάλινο χωνί • Κάψα πορσελάνης

Εξάχνωση σε κανονική πίεση

1. Ζυγίζονται 2 g μίγματος NH_4Cl και NaCl (αναλογία 1:1), καταγράφεται η ακριβής μάζα και τοποθετούνται σε κάψα πορσελάνης.
2. Η κάψα σκεπάζεται με ένα ανεστραμμένο προζυγισμένο χωνί. Το στέλεχος του χωνιού σφραγίζεται με διηθητικό χαρτί.
3. Η διάταξη θερμαίνεται με τη βοήθεια λύχνου όπως φαίνεται στα Σχήματα 2 και 4. Η ένταση της φλόγας ρυθμίζεται έτσι ώστε να διατηρείται ένας συνεχής ρυθμός έκλυσης ατμών. Οι παραγόμενοι ατμοί ψύχονται στα εσωτερικά τοιχώματα του χωνιού και αποτίθεται σε αυτά το στερεό NH_4Cl.
4. Όταν δεν παρατηρείται επιπλέον απόθεση στα εσωτερικά τοιχώματα του χωνιού αφήνεται να ψυχθεί και στη συνέχεια επαναθερμαίνεται ώστε να αυξηθεί η απόδοση της διεργασίας.
5. Μετά το πέρας της διεργασίας, η διάταξη αφήνεται να ψυχθεί.
6. Στη συνέχεια ζυγίζεται το χωνί μαζί με το στερεό NH_4Cl και υπολογίζεται η ποσότητα του από την αφαίρεση της αρχικής μάζας του χωνιού.



Σχήμα 4: Διάταξη εξάχνωσης σε ατμοσφαιρική πίεση

Εξάχνωση υπό ελαττωμένη πίεση

1. Ζυγίζεται 1 g μίγματος NH_4Cl και NaCl (αναλογία 1:1) και καταγράφεται η ακριβής μάζα.
2. Το μίγμα τοποθετείται στον εξωτερικό σωλήνα της συσκευής εξάχνωσης (Σχήματα 3 και 5). Συνδέεται η συσκευή με την παροχή νερού και την υδραντλία. Γίνεται έλεγχος για τυχόν διαρροές.
3. Η συσκευή τίθεται σε λειτουργία και θερμαίνεται με λύχνο Bunsen, προσέχοντας η φλόγα να μην έρχεται απευθείας σε επαφή με τον πυθμένα της συσκευής εξάχνωσης. Κατά την θέρμανση παράγονται ατμοί οι οποίοι ψύχονται κατά την επαφή τους με την επιφάνεια του εσωτερικού ψυχόμενου δακτύλου (cold finger) με αποτέλεσμα την απόθεση στερεού NH_4Cl σε αυτήν. (Σχήμα 6).



Σχήμα 5: Συσκευή εξάχνωσης σε ελαττωμένη πίεση



Σχήμα 6: Απόθεση στερεού NH_4Cl στα τοιχώματα του εσωτερικού σωλήνα

4. Μετά το πέρας της διεργασίας, η συσκευή αφήνεται να ψυχθεί. **Αρχικά αποκαθίσταται η ατμοσφαιρική πίεση στη συσκευή αποσυνδέοντας το σωλήνα της υδραντλίας κενού και κατόπιν κλείνει η παροχή της υδραντλίας.** Τέλος, διακόπτεται η παροχή του νερού ψύξης.
5. Το NH_4Cl συλλέγεται και καταγράφεται η μάζα του στον Πίνακα 1.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Να καταγραφούν οι μετρήσεις στον Πίνακα 1.

Πίνακας 1: Αποτελέσματα παραλαβής NH_4Cl

$\mathbf{m_\pi}$	
$\boldsymbol{m_\vartheta}$	
$\boldsymbol{\alpha}$	

Να υπολογιστεί η ποσοστιαία απόδοση της διεργασίας εξάχνωσης (% παραλαβή NH_4Cl) από τον τύπο:

$$\alpha = \frac{m_\pi}{m_\theta} * 100 \ (\%)$$

α: ποσοστιαία απόδοση της διαδικασίας εξάχνωσης (%)
m_π: Πραγματική μάζα NH_4Cl που παρελήφθη
m_ϑ: Θεωρητική μάζα NH_4Cl στο αρχικό μίγμα

Ερωτήσεις

1. Πού οφείλονται οι απώλειες κατά την παραλαβή του NH_4Cl;
2. Προτείνετε διαδικασία για το διαχωρισμό μίγματος ιωδίου, χλωριούχου νατρίου και ανθρακικού ασβεστίου.
3. Τι άλλο μέσο, αντί για νερό δικτύου και με καλύτερη ψυκτική απόδοση θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί για την ψύξη του εσωτερικού ψυχόμενου δακτύλου (cold finger);
4. Πώς και πού πρέπει να φυλάσσονται πτητικής φύσης ενώσεις;

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. Szafran Z., Pike M. R., Singh M.M., Microscale Inorganic Chemistry - Comprehensive Laboratory Experience, 1st edition, John Wiley & Sons. Inc. (1991).
2. Atkins W. P., Atkins Physical chemistry, 7th edition, Oxford University Press (2017).
3. http://www.chemguide.co.uk/physical/phaseeqia/phasediags.html
4. Κλούρας Ν., Βασική Ανόργανη Χημεία, 4η Έκδοση, Π. Τραυλός, Πάτρα (2000).
5. Sattler K., Feindt J. H., Thermal Separation Processes-Principles and Design, VHC (1995).

Απόσταξη

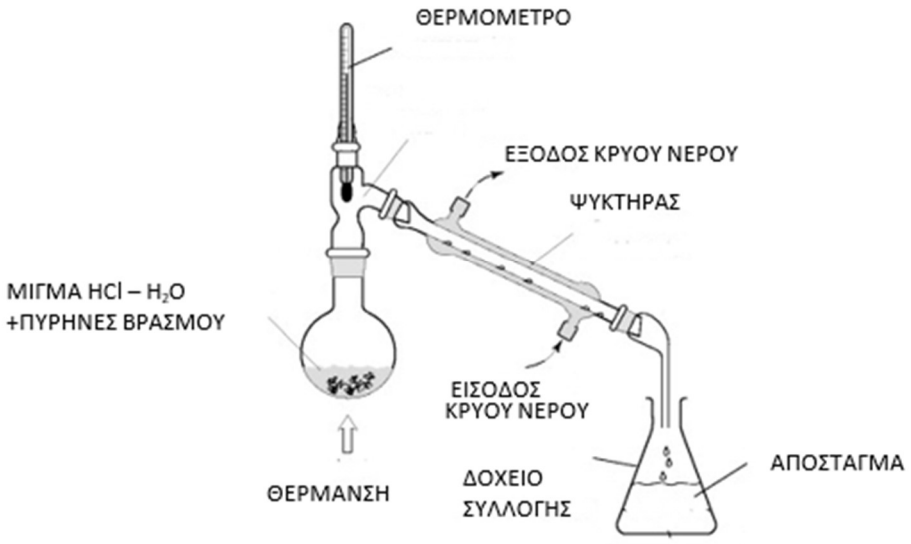
Βασική Θεωρία

Για τον διαχωρισμό ομογενούς μίγματος υγρών στα επιμέρους συστατικά του, ή και σε ομάδες συστατικών, χρησιμοποιείται η διαφορά της τάσης ατμών των συστατικών σε συγκεκριμένη θερμοκρασία, ή συνηθέστερα η διαφορά του σημείου ζέσεως των συστατικών σε συγκεκριμένη πίεση (ατμοσφαιρική ή και ελαττωμένη ή αυξημένη κατά περίπτωση), η δε διεργασία ονομάζεται απόσταξη.

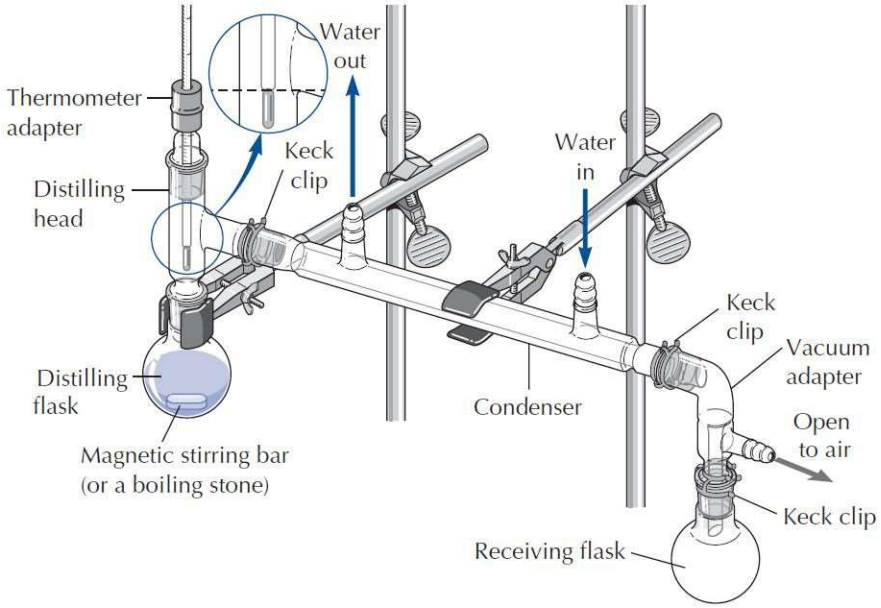
Σκοπός της απόσταξης είναι ο διαχωρισμός μέσω εξάτμισης υγρού μίγματος αναμίξιμων και πτητικών ουσιών στα επιμέρους συστατικά του ή σε ορισμένες περιπτώσεις, σε ομάδες συστατικών. Παραδείγματα απόσταξης αποτελούν ο διαχωρισμός μίγματος αλκοόλης και νερού στα συστατικά του, υγροποιημένου αέρα σε άζωτο, οξυγόνο και αργό, και αργού πετρελαίου σε βενζίνη, φωτιστικό πετρέλαιο, μαζούτ και λιπαντικά. Στηρίζεται στο ότι για συγκεκριμένη πίεση, κάθε υγρή καθαρή ουσία βράζει στην ίδια πάντοτε θερμοκρασία. Κατά τη θέρμανση μίγματος υγρών με διαφορετικά σημεία ζέσεως, αυτά αποχωρίζονται από το διάλυμα διαδοχικά, ανάλογα με το σημείο ζέσεως τους. Το σημείο ζέσεως (σ.ζ.) ή σημείο βρασμού επηρεάζεται από την πίεση του χώρου όπου γίνεται η απόσταξη, γι' αυτό πάντοτε δίπλα στο σημείο ζέσεως πρέπει να αναφέρεται και η τιμή πίεσης του περιβάλλοντα χώρου.

Το προς απόσταξη υγρό κατά τη διάρκεια του βρασμού εξατμίζεται, και ο ατμός που παράγεται, συλλέγεται, ψύχεται και υγροποιείται ξανά. Σε μια διαδικασία απόσταξης η ποσότητα μάζας, η οποία εξατμίζεται και στη συνέχεια διέρχεται από τον ψυκτήρα όπου υγροποιείται και τελικά συλλέγεται, ονομάζεται **απόσταγμα**. Η ποσότητα μάζας, η οποία παραμένει στην υγρή φάση στη σφαιρική φιάλη ονομάζεται **υπόλειμμα**. Κατά την απόσταξη ενός υγρού, το αρχικό απόσταγμα καλείται **κεφαλή**, το τελευταίο **ουρά** και το ενδιάμεσο που αποτελεί τον κύριο όγκο του αποστάγματος, καλείται **σώμα**.

Στα Σχήματα 1 και 2 παρουσιάζεται η διάταξη της απόσταξης.



Σχήμα 1: Διάταξη απλής απόσταξης



Σχήμα 2: Τρόπος σύνδεσης τμημάτων αποστακτικής διάταξης.

Άσκηση 1: Παραλαβή Αζεοτροπικού Μίγματος H_2O - HCl

Εισαγωγή

Υπάρχουν περιπτώσεις όπου μίγματα υγρών ουσιών δεν είναι δυνατό να διαχωριστούν στα συστατικά τους με απόσταξη, με αποτέλεσμα να συναποστάζουν με ορισμένη για κάθε μίγμα αναλογία. Οι ατμοί δηλαδή του αποστάγματος έχουν την ίδια σύσταση με το διάλυμα. Αυτά τα μίγματα ονομάζονται αζεοτροπικά, η δε αναλογία ονομάζεται αζεοτροπική, επειδήμε το βρασμό δε μεταβάλλεται το σημείο ζέσης τους. Με αλλαγή της πίεσης κατά την απόσταξη παρατηρείται και μεταβολή της σύστασης του αζεοτροπικού μίγματος.

Το φαινόμενο της αζεοτροπίας εμφανίζεται σε μίγματα που προκύπτουν με την ανάμιξη δύο πλήρως αναμίξιμων υγρών κατά την οποία λαμβάνει χώρα ανταλλαγή ενέργειας. Κατά την ανάμιξη μπορεί να εκλύεται ή να απορροφάται σημαντικό ποσό ενέργειας. Έτσι, μπορεί να ανταλλάσσεται μικρό ή μεγάλο ποσό ενέργειας μεταξύ του συστήματος και του περιβάλλοντος τελικά.

Αν ονομάσουμε τις ασκούμενες δυνάμεις Van derWaals μεταξύ των μορίων του υγρού 1 $\alpha_{1\text{-}1}$, του υγρού 2 $\alpha_{2\text{-}2}$, και των μορίων των δύο υγρών $\alpha_{1\text{-}2}$, μπορούμε να έχουμε:

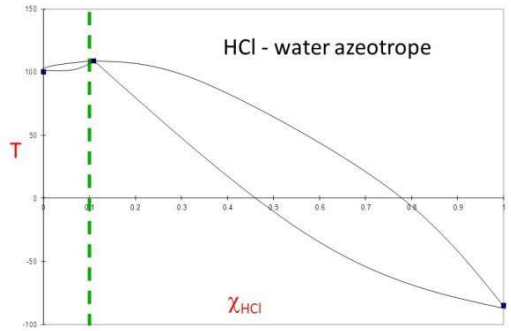
ΑΙΤΙΑ	ΦΑΙΝΟΜΕΝΟ	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑ
$a_{1-2} \approx \sqrt{a_{1-1} * a_{2-2}}$	Μηδενική ή μικρή ανταλλαγή ενέργειας	Ιδανικά ή σχεδόν ιδανικά διαλύματα (νόμος του Raoult)
$a_{1-2} < \sqrt{a_{1-1} * a_{2-2}}$	Απορρόφηση ενέργειας από ενδόθερμη ανάμιξη. Αύξηση τάσης ατμών.	Αζεότροπο **ΕΛΑΧΙΣΤΟΥ** ΣΗΜΕΙΟΥ ΖΕΣΕΩΣ
$a_{1-2} > \sqrt{a_{1-1} * a_{2-2}}$	Έκλυση ενέργειας από εξώθερμη ανάμιξη. Μείωση τάσης ατμών.	Αζεότροπο **ΜΕΓΙΣΤΟΥ** ΣΗΜΕΙΟΥ ΖΕΣΕΩΣ

ΑΖΕΟΤΡΟΠΑ ΕΛΑΧΙΣΤΟΥ: Έχουν την ίδια σύσταση ατμών και υγρού στο ελάχιστο σημείο ζέσεως του διαγράμματος που απεικονίζει τους γεωμετρικούς τόπους των σημείων ζέσεως σε συνάρτηση με τη σύσταση του

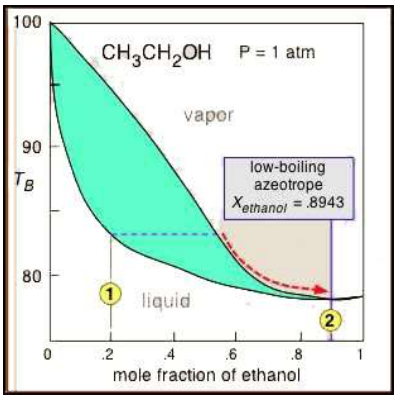
διαλύματος (πχ. αζεότροπο αιθανόλης – νερού).

ΑΖΕΟΤΡΟΠΑ ΜΕΓΙΣΤΟΥ: Έχουν την ίδια σύσταση ατμών και υγρού στο μέγιστο σημείο ζέσεως του διαγράμματος που απεικονίζει τους γεωμετρικούς τόπους των σημείων ζέσης συναρτήσει της σύστασης του διαλύματος (πχ. αζεότροπο υδροχλωρίου – νερού).

Η απόσταξη δεν είναι, επομένως, ο κατάλληλος τρόπος διαχωρισμού συστατικών αζεοτροπικών μιγμάτων. Με τη χρήση όμως άλλων μεθοδολογιών και τεχνικών είναι δυνατόν οι διαχωρισμοί αυτοί να επιτευχθούν. Μέθοδοι όπως η εκλεκτική εκχύλιση, η υγρή χρωματογραφία, η εκλεκτική ρόφηση κ.α. μπορούν εφαρμοζόμενες υπό ανάλογες προϋποθέσεις, να επιλύσουν προβλήματα διαχωρισμών αζεοτροπικών μιγμάτων.



1. Αζεότροπο μεγίστου σ.ζ. (HCl-H_2O).



2. Αζεότροπο ελαχίστου σ.ζ. (Αιθανόλη – H_2O).

Σχήμα 3: Αζεοτροπικά μίγματα

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παραλαβή του αζεοτροπικού μίγματος H_2O-HCl.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• π. HCl (37 % w/w, ρ=1,19 g/mL) • H_2O • Πυρήνες βρασμού • Βαζελίνη	▪ Θερμόμετρο με εσμύρισμα* ▪ Ψυκτήρας* ▪ Σφαιρική φιάλη 250 mL ή 500 mL* ▪ Υάλινος σύνδεσμος Τ* ▪ Υάλινο στέλεχος συλλογής* ▪ Πλαστικά εξαρτήματα

	σύνδεσης (Keck clips)* ▪ Ποτήρια ζέσεως (250 mL) ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Λαστιχένιοι σωλήνες ▪ Μεταλλικός τρίποδας ▪ Πυρίμαχο πλέγμα ▪ Μεταλλικά στηρίγματα

*Τα σκεύη αυτά δίνονται όλα μαζί σε συσκευασία και επιστρέφονται καθαρά, όπως παραλαμβάνονται στο κουτί.

1. Σε ένα προζυγισμένο ποτήρι ζέσεως προστίθενται, εντός του απαγωγού, 100 mL απιονισμένου H_2O και 50 mL π.HCl, **με αυτή τη σειρά**. Το διάλυμα ζυγίζεται ώστε να προσδιοριστεί η πυκνότητά του.
2. Το διάλυμα μεταφέρεται στη σφαιρική φιάλη και προστίθενται μερικοί πυρήνες βρασμού.
3. Συναρμολογείται η διάταξη της απόσταξης όπως φαίνεται στα προηγούμενα σχήματα και γίνεται προσεκτικά έλεγχος για τυχόν διαρροές της συσκευής. Αφού εγκριθεί από τον υπεύθυνο η διάταξη, στη συνέχεια θερμαίνεται ήπια το μίγμα με τη βοήθεια του λύχνου Bunsen.
4. Μόλις σταθεροποιηθεί η θερμοκρασία, αντικαθίσταται ο υποδοχέας συλλογής αποστάγματος, το αρχικό αυτό κλάσμα απορρίπτεται αφού πρώτα καταγραφεί ο όγκος του.
5. Συλλέγεται το υπόλοιπο απόσταγμα, το οποίο είναι το αζεοτροπικό μίγμα HCl – H_2O.
6. Προζυγισμένος ογκομετρικός κύλινδρος των 10 mL γεμίζεται με το αζεοτροπικό μίγμα μέχρι τα 10 mL και ζυγίζεται ώστε να υπολογιστεί η πυκνότητά του μίγματος.
7. Ως λήξη της απόσταξης θεωρείται η στιγμή όπου μόνο λίγα mL διαλύματος έχουν απομείνει στη σφαιρική φιάλη. Προσοχή να μην αδειάσει πλήρως η σφαιρική φιάλη καθώς υπάρχει κίνδυνος υπερθέρμανσης και θραύσης αυτής.

Δίνονται τα ακόλουθα δεδομένα:

Πίνακας 1: Σύσταση αζεοτροπικού μίγματος HCl-H_2O σε διάφορες συνθήκες θερμοκρασίας -πίεσης

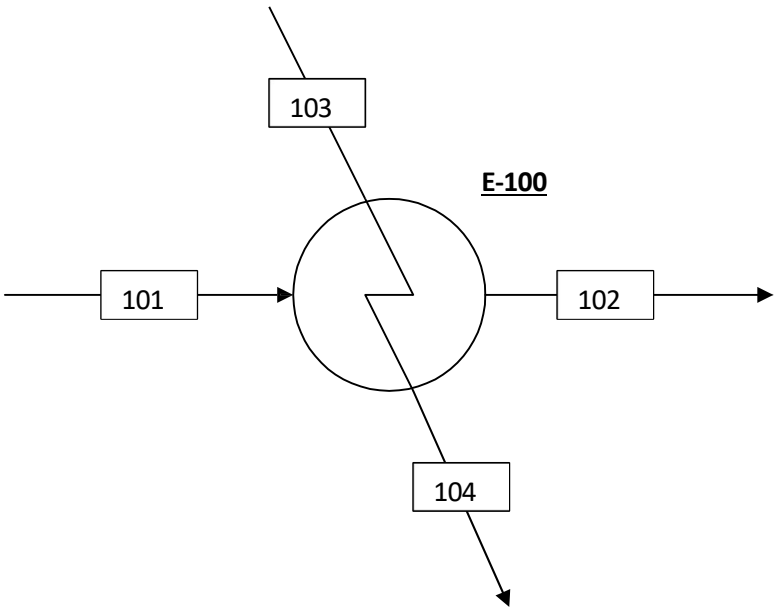
Πίεση (mm Hg)	**Σημείο βρασμού (°C)**	**HCl (% w/w)**
600	102,20	20,63
640	103,96	20,50

680	105,56	20,41
700	106,42	20,36
740	107,85	20,26
760	**108,58**	**20,22**
800	110,00	20,15

Αζεοτροπικό μίγμα (20^{o}C)**:** ρ = 1,098 g/mL, X_{HCl} = 0,11

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να υπολογιστεί η % βάρος κατ΄ όγκον (w/v) και η % βάρος κατά βάρος (w/w) περιεκτικότητα του HCl στο αρχικό μίγμα.
2. Να βρεθεί το συστατικό που πρέπει να απομακρυνθεί και να υπολογιστεί ο όγκος που πρέπει να αποστάξει πριν το σχηματισμό του αζεοτροπικού μίγματος. Να συγκριθεί με το πειραματικό αποτέλεσμα.
3. Να συμπληρωθεί ο Πίνακας 2 με τα χαρακτηριστικά μεγέθη της λειτουργίας του ψυκτήρα (εναλλάκτης θερμότητας) του Σχήματος 4 κατά τη διεξαγωγή της άσκησης απόσταξης αζεοτροπικού μίγματος HCl-H_2O.



Σχήμα 4: Ψυκτήρας-Εναλλάκτης θερμότητας

Πίνακας 2: Πειραματικές μετρήσεις χαρακτηριστικών μεγεθών της λειτουργίας του ψυκτήρα.

Αριθμός Ροής	101	102	103	104
Μέσο	Αέρια φάση	Υγρή φάση	Νερό ψύξης	Νερό ψύξης
Θερμοκρασία (°C)				
Ροή (kg/h)				

Ερωτήσεις

1. Πώς θα υπολογιστεί άμεσα (εργαστηριακά) η περιεκτικότητα του αζεοτροπικού μίγματος σε HCl;
2. Μπορούν να διαχωριστούν με απόσταξη συστατικά που σχηματίζουν αζεοτροπικά μίγματα; Τι επιτυγχάνεται με την απόσταξη αυτών των μιγμάτων;
3. Μπορούμε να υποθέσουμε ότι στο σημείο της αζεοτροπικής αναλογίας και εφόσον το σημείο ζέσεως δε μεταβάλλεται, έχει σχηματιστεί χημική ένωση μεταξύ των δύο συστατικών Να δοθεί αιτιολόγηση.
4. Να καταγραφούν βιβλιογραφικά άλλα παραδείγματα αζεοτροπικών μιγμάτων.

Βιβλιογραφία

1. Παρισάκης Γ., Ανόργανη Πειραματική Χημεία, εκδόσεις Παπασωτηρίου, 1η έκδοση, Αθήνα (1995).
2. Μαρίνου-Κουρή Δ., Τσάμη Ε., Ασκήσεις φυσικών διεργασιών, Παπασωτηρίου, 1η έκδοση, Αθήνα (1994).
3. Σκουλικίδη Θ., Φυσικοχημεία I_2, Οι καταστάσεις της ύλης – Διαλύματα – Κολλοοειδή αδρομερή – πλάσμα, 6η έκδοση, Αθήνα (1984).
4. Schwitzer P.A., Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers, McGraw-Hill, 2nd edition, New York (1988).
5. Perry R., Green D., Perry's Chemical Engineers' Handbook, 6th edition, McGraw-Hill, New York, (1984).
6. http://eclass.uth.gr/eclass/modules/document/file.php/SEYC122/ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΣΗΜΕΙΩΣΕΙΣ ΟΡΓΑΝΙΚΗΣ ΧΗΜΕΙΑΣ 2014.pdf σελ. 77-92

Άσκηση 2: Απόσταξη κρασιού

Εισαγωγή

Η αιθανόλη που περιέχεται στα αλκοολούχα ποτά παράγεται κατά την αλκοολική ζύμωση φυσικών σακχάρων από χυμούς φρούτων (κυρίως σταφυλιού). Η αλκοολική ζύμωση είναι η βασική διαδικασία στη μετατροπή του μούστου σε κρασί. Τα σάκχαρα (κυρίως γλυκόζη και φρουκτόζη) μετατρέπονται σε αιθανόλη, διοξείδιο του άνθρακα και ενέργεια.

Η απλοποιημένη αντίδραση περιγράφεται ως εξής:

$$C_6H_{12}O_6 \xrightarrow{\text{ζυμάσες}} 2\ C_2H_5OH + 2\ CO_2, \quad \Delta H<0$$

Η αντίδραση καταλύεται από ειδικά ένζυμα (“ζυμάσες”) που παράγονται από τους ζυμομύκητες (ζύμες) που βρίσκονται στο φλοιό του σταφυλιού και περνούν στο χυμό. Οι σπουδαιότερες ζύμες είναι στελέχη του μύκητα Saccharomyces cerevisiae.

Κατά την διάρκεια της αντίδρασης ελευθερώνεται ενέργεια ίση περίπου με 120kJ/mol.

Περίπου το ένα τρίτο της ενέργειας χρησιμοποιείται από τις ζύμες κυρίως για την ανάπτυξη και τον πολλαπλασιασμό τους και η υπόλοιπη ενέργεια προκαλεί αύξηση της θερμοκρασίας ζύμωσης.

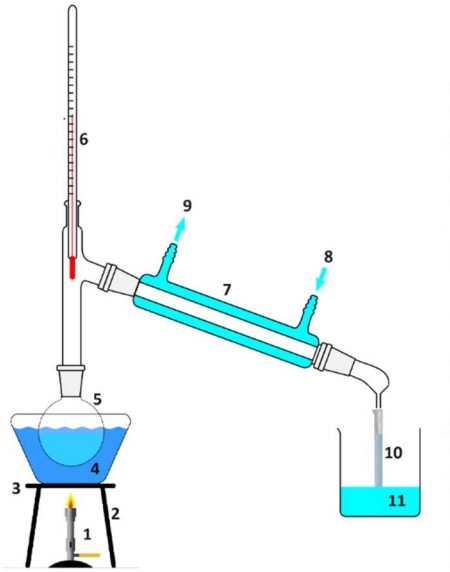
Η ζύμωση ολοκληρώνεται όταν η συγκέντρωση της αιθανόλης έχει φτάσει σε επίπεδο που αδρανοποιεί τα ένζυμα (16- 18%v/v). Στο σημείο αυτό το παραγόμενο υδατικό διάλυμα σακχάρων, αιθανόλης, κλπ αποτελεί το κρασί (εάν το CO2 δεν απελευθερωθεί έχουμε παραγωγή αφρώδους οίνου). Για την παραγωγή ποτών με υψηλότερο ποσοστό αιθανόλης απαιτείται απόσταξη.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παραλαβή μιγμάτων αιθανόλης – νερού (C_2H_5OH-H_2O) εμπλουτισμένων σε αλκοόλη από απόσταξη κρασιού.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα-Συσκευές*
▪ Κρασί εμπορίου ▪ Πυρήνες βρασμού ▪ Βαζελίνη	▪ Σφαιρική φιάλη* ▪ Ψυκτήρας* ▪ Θερμόμετρο με εσμύρισμα* ▪ Υάλινο στέλεχος συλλογής* ▪ Πλαστικά εξαρτήματα σύνδεσης (Keck clips) * ▪ Υάλινος σύνδεσμος Τ* ▪ Ποτήρι ζέσεως 600 mL ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Μεταλλικός τρίποδας ▪ Πυρίμαχο πλέγμα ▪ Μεταλλικά στηρίγματα ▪ Λαστιχένιοι σωλήνες ▪ Δοκιμαστικοί σωλήνες ▪ Ογκομετρικοί κύλινδροι (10 και 100 mL)

*Τα σκεύη αυτά δίνονται όλα μαζί σε συσκευασία και επιστρέφονται καθαρά, όπως παραλαμβάνονται στο κουτί.



Σχήμα 5: Διάταξη απόσταξης η οποία αποτελείται από: 1: λύχνο, 2: τρίποδα, 3: πλέγμα, 4: υδατόλουτρο, 5: σφαιρική φιάλη, 6: θερμόμετρο, 7: ψυκτήρα, 8: είσοδος νερού ψύξης, 9: έξοδος νερού ψύξης, 10: ογκομετρικό κύλινδρο, 11: παγόλουτρο.

1. Τοποθετείται ένα ποτήρι ζέσεως 600 mL σε πλέγμα επάνω σε τρίποδα.
2. Συναρμολογείται η συσκευή απόσταξης σύμφωνα με το Σχήμα 5.
3. Η σφαιρική φιάλη τοποθετείται μέσα στο ποτήρι ζέσεως.
4. Ανοίγεται η παροχή νερού στον ψυκτήρα.
5. Σε ένα προζυγισμένο ογκομετρικό κύλινδρο προστίθενται 75 mL εμπορικού κρασιού. Το διάλυμα ζυγίζεται ώστε να προσδιοριστεί η πυκνότητά του.
6. Αφαιρείται το θερμόμετρο και προστίθενται μερικοί πυρήνες βρασμού στη σφαιρική φιάλη.
7. Χρησιμοποιώντας χωνί με μακρύ στέλεχος, προστίθενται στη σφαιρική φιάλη τα 75 mL κρασιού.
8. Επανατοποθετείται το θερμόμετρο.
9. Στην έξοδο της συσκευής τοποθετείται προζυγισμένος ογκομετρικός κύλινδρος των 10mL (ή προζυγισμένος δοκιμαστικός σωλήνας με ένδειξη όγκου 4mL).
10. Ο ογκομετρικός κύλινδρος (ή δοκιμαστικός σωλήνας) είναι βυθισμένος σε παγόλουτρο για αποφυγή εξάτμισης της αιθανόλης.
11. Αφού η διάταξη εγκριθεί από τον υπεύθυνο επιβλέποντα, μεταφέρεται στο ποτήρι ζέσεως ποσότητα θερμού νερού έτσι ώστε η σφαιρική φιάλη να είναι βυθισμένη στο νερό και στη συνέχεια θερμαίνεται με λύχνο Bunsen (κατά τη διάρκεια της απόσταξης ενδέχεται να συμπληρώνεται ποσότητα θερμού νερού).
12. Καταγράφεται η θερμοκρασία κατά την οποία αρχίζει να αποστάζει το κρασί.
13. Συλλέγεται απόσταγμα όγκου 4mL, καταγράφεται η θερμοκρασία και αντικαθίσταται ο υποδοχέας του αποστάγματος με άλλον. Το κλάσμα αυτό ζυγίζεται και μετράται ο όγκος του καθώς και η θερμοκρασία του.
14. Η διαδικασία συλλογής (βήμα 13) επαναλαμβάνεται άλλες δύο φορές ώστε να συλλεχθούν συνολικά 3 αποστάγματα των 4mL το κάθε ένα. Σε κάθε στάδιο καταγράφεται η θερμοκρασία.
15. Ως λήξη της απόσταξης θεωρείται η στιγμή όπου έχουν συλλεγεί συνολικά 12 mL (3x4mL) αποστάγματος.
16. Το υπόλειμμα στη σφαιρική φιάλη ψύχεται και προσδιορίζεται η πυκνότητα του ζυγίζοντας 10mL αυτού.

    Δίνεται η πυκνότητα διαλυμάτων αιθανόλης νερού σε σχέση με τη σύστασή τους σε διαφορετικές θερμοκρασίες (Πίνακας 3).

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να υπολογιστεί η πυκνότητα του αρχικού κρασιού καθώς και του υπολείμματος
2. Να υπολογιστούν οι πυκνότητες όλων των κλασμάτων που παρελήφθησαν.
3. Από τον Πίνακα 1, να υπολογιστεί η % μάζα κατ΄ όγκον (w/v) περιεκτικότητα αιθανόλης σε όλα τα κλάσματα.

Πίνακας 3: Πυκνότητα διαλυμάτων αιθανόλης νερού σε σχέση με τη σύστασή τους σε διαφορετικές θερμοκρασίες

C_2H_5OH *(%w/w)*	**Πυκνότητα (g/mL)**						
	Θερμοκρασία *(°C)*						
	10	**15**	**20**	**25**	**30**	**35**	**40**
0	1,000	0,999	0,998	0,997	0,996	0,994	0,992
10	0,984	0,983	0,982	0,980	0,979	0,977	0,975
20	0,972	0,971	0,969	0,966	0,964	0,961	0,959
30	0,960	0,957	0,954	0,951	0,947	0,944	0,941
40	0,942	0,939	0,935	0,931	0,928	0,924	0,920
50	0,922	0,918	0,914	0,910	0,906	0,902	0,897
60	0,899	0,895	0,891	0,887	0,883	0,878	0,874
70	0,876	0,872	0,868	0,863	0,859	0,855	0,850
80	0,852	0,848	0,843	0,839	0,835	0,830	0,826
90	0,827	0,822	0,818	0,814	0,809	0,805	0,800
100	0,798	0,794	0,789	0,785	0,781	0,776	0,772

Ερωτήσεις

1. Σε ποια ιδιότητα βασίζεται η μέτρηση περιεκτικότητας αιθανόλης (C_2H_5OH) σε υδατικά διαλύματα και αλκοολούχα ποτά;
2. Να συγκριθούν μεταξύ τους οι εκτιμώμενες περιεκτικότητες σε αιθανόλη των τριών αποσταγμάτων και να γίνει σχολιασμός
3. Να συγκριθούν οι εκτιμώμενες περιεκτικότητες σε αιθανόλη των τριών αποσταγμάτων με την περιεκτικότητα σε αιθανόλη του κρασιού και να γίνει σχολιασμός.
4. Πώς εκφράζεται συνήθως η περιεκτικότητα αιθανόλης στα αλκοολούχα ποτά;

Βιβλιογραφία

1. Schwitzer P.A., (1997), Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers, McGraw-Hill, 3rd edition, New York.
2. Katzen, Raphael, Philip W. Madson and Geon Dae Moon, (1999), "Ethanol distillation: the fundamentals 269 Chapter 18 Ethanol distillation: the fundamentals."
3. Kayode Coker, (2010), Chapter 12 - Enhanced distillation types, Ludwig's Applied Process Design for Chemical and Petrochemical Plants (Fourth Edition), Gulf Professional Publishing, 345-371, ISBN 9780750683661, https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-8366-1.10012-X.
4. Iland, P., Ewart, A., Sitters, J., Markides, A. and Bruer, N., (2000), Techniques for Chemical Analysis and Quality Monitoring during Winemaking. Patrick Iland Wine Promotions, Campbelltown, 98-100
5. Ferner, R. E., & Chambers, J. (2001). Alcohol intake: measure for measure. *BMJ (Clinical research ed.), 323*(7327), 1439–1440. https://doi.org/10.1136/bmj.323.7327.1439
6. https://weissman.baruch.cuny.edu/wp-content/uploads/sites/20/2020/09/6_wine.pdf
7. http://seniorchem.com/1.%20Alcohol-Content-by-distillation.pdf
8. https://www.engineeringtoolbox.com/ethanol-water-mixture-density-d_2162.html

Καθαρισμός Χλωριούχου Νατρίου με Καταβύθιση

Βασική Θεωρία

Το χλωριούχο νάτριο, κοινώς "αλάτι", βρίσκεται σε αφθονία στη φύση. Αποτελεί σημαντικό συστατικό της διατροφής του ανθρώπου και χρησιμοποιείται σε πολλές βιομηχανικές εφαρμογές. Το αλάτι είτε εξορύσσεται από υπόγεια κοιτάσματα ορυκτού άλατος (ορυκτό αλάτι) είτε συλλέγεται από την εξάτμιση του θαλασσινού νερού (θαλασσινό ή ηλιακό) στις αλυκές και περιέχει ακαθαρσίες και προσμίξεις. Εκτός από τις γαιώδεις ακαθαρσίες όπως η άμμος, οι κυριότερες προσμίξεις είναι ιόντα ασβεστίου, μαγνησίου και θειικά ιόντα, τα οποία περιέχονται μαζί με το χλωριούχο νάτριο ως διαλυμένα στερεά στο θαλασσινό νερό. Η συνολική περιεκτικότητα του θαλασσινού νερού σε διαλυμένα άλατα είναι περίπου 3,5% w/w. Η απομάκρυνση των ακαθαρσιών και των προσμίξεων και ο καθαρισμός του χλωριούχου νατρίου μπορεί να πραγματοποιηθεί με διαλυτοποίηση του χλωριούχου νατρίου και επανακαταβύθιση είτε των προσμίξεων είτε του καθαρού NaCl.

Η καταβύθιση είναι μία διεργασία, κατά την οποία μία διαλυμένη ουσία μετατρέπεται σε δυσδιάλυτη στερεά μορφή. Όταν η διαλυμένη ουσία βρεθεί σε κορεσμένο διάλυμά της λαμβάνει χώρα ισορροπία μεταξύ της στερεάς ένωσης και των ιόντων της στο διάλυμα.

$$A_xB_{y(s)} \rightleftharpoons xA^{y+}_{(aq)} + yB^{x-}_{(aq)} \quad (1)$$

Η σταθερά γινομένου διαλυτότητας K_{sp} δίνεται από τη σχέση (2). Για δεδομένη θερμοκρασία, κάθε δυσδιάλυτη ένωση χαρακτηρίζεται από συγκεκριμένη σταθερά γινομένου διαλυτότητας, K_{sp}.

$$K_{sp} = [A^{y+}]^x [B^{x-}]^y \quad (2)$$

Η καταβύθιση μιας ένωσης A_xB_y, σε ένα συγκεκριμένο διάλυμα, συμβαίνει όταν η τιμή Q_c που υπολογίζεται από τη σχέση (3) υπερβαίνει τη σταθερά γινομένου διαλυτότητας της ένωσης.

$$Q_c = [A^{y+}]_i^x [B^{x-}]_i^y \quad (3)$$

όπου $[A^{y+}]_i$, $[B^{x-}]_i$ είναι οι αρχικές συγκεντρώσεις των ιόντων στο διάλυμα.

Αν $Q_c < K_{sp}$ το διάλυμα είναι ακόρεστο και δεν παρατηρείται καταβύθιση.

Αν $Q_c = K_{sp}$ το διάλυμα είναι κορεσμένο.

Αν $Q_c > K_{sp}$ το διάλυμα είναι υπέρκορο ως προς την ένωση και ευνοείται η

καταβύθισή της.

Με τον τρόπο αυτό ουσίες μπορούν να διαχωριστούν από άλλες, οι οποίες βρίσκονται και αυτές διαλυμένες στο διάλυμα. Η διαδικασία μπορεί να συνεχιστεί με διαδοχικές καταβυθίσεις διαφορετικών προσμίξεων, με προσθήκη κατάλληλων αντιδραστηρίων και ρύθμιση των συνθηκών του διαλύματος.

Η διεργασία καταβύθισης ως μέθοδος διαχωρισμού ή καθαρισμού εφαρμόζεται ευρέως τόσο σε εργαστηριακή όσο και σε βιομηχανική κλίμακα.

Άσκηση 1: Καθαρισμός χλωριούχου νατρίου με βαθμιαία καταβύθιση των προσμίξεων

Αρχικά το στερεό χλωριούχο νάτριο διαλυτοποιείται για την παρασκευή κορεσμένου διαλύματος NaCl. Ακολουθεί διήθηση για τις προσμίξεις, που μπορούν να απομακρυνθούν εύκολα (π.χ. στερεές αδιάλυτες γαιώδεις προσμίξεις). Στο προκύπτον διάλυμα προστίθενται βαθμιαία κατάλληλες ουσίες για τον σχηματισμό δυσδιάλυτων αλάτων με τα ανεπιθύμητα ιόντα (προσμίξεις), τα οποία απομακρύνονται από το διάλυμα με καταβύθιση.

Μετά την καταβύθιση η ουσία που πρόκειται να καθαριστεί παραμένει στο διάλυμα και ανακτάται ως στερεό με εξάτμιση του διαλύτη μέχρι ξηρού. Η εξάτμιση είναι φυσική διεργασία, η οποία πραγματοποιείται στην επιφάνεια του υγρού και σε θερμοκρασία χαμηλότερη από το σημείο βρασμού. Κατά την εξάτμιση λαμβάνει χώρα η απομάκρυνση των πτητικών ουσιών από ένα διάλυμα με αποτέλεσμα τη συμπύκνωση του διαλύματος ή το σχηματισμό κρυστάλλων. Αύξηση της καθαρότητας του χλωριούχου νατρίου μπορεί να επιτευχθεί με επανάληψη της συνολικής διαδικασίας μία ή περισσότερες φορές.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παραλαβή καθαρού χλωριούχου νατρίου με σταδιακή καταβύθιση των προσμίξεών του.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
▪ Ακάθαρτο μίγμα αλατιού ▪ Διάλυμα $BaCl_2$ 0,5M ▪ Διάλυμα $(NH_4)_2CO_3$ (6g στα 200ml) ▪ Διάλυμα HCl 0,1M ▪ Διάλυμα Na_2CO_3 1M	▪ Ποτήρια ζέσεως 250ml ▪ Ογκομετρικοί κύλινδροι 10 και 100 ml ▪ Δοκιμαστικοί σωλήνες και στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων ▪ Ύαλος ωρολογίου ▪ Σπαθίδα ▪ Ράβδος ανάδευσης ▪ Χωνί ταχείας διήθησης ▪ Σταγονόμετρα ▪ Διηθητικό χαρτί ▪ Πεχαμετρικό χαρτί ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Μεταλλικός τρίποδας ▪ Πυρίμαχο πλέγμα ▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών

1. Παρασκευάζεται κορεσμένο διάλυμα ακάθαρτου NaCl (18g σε 50mL).
2. Το διάλυμα αναδεύεται καλά μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης (διαυγές διάλυμα). Σε περίπτωση που παραμένει θολό ή έχει στερεά υπολείμματα το διάλυμα διηθείται και το ίζημα απορρίπτεται.
3. Μικρή ποσότητα του διηθήματος (10mL) μοιράζεται σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες που αριθμούνται (1 και 2). Τοποθετούνται στο στήριγμα και παραμένουν εκεί ώστε να χρησιμοποιηθούν στο τέλος για τον έλεγχο της καθαρότητας του παραγόμενου χλωριούχου νατρίου.
4. Το υπόλοιπο διάλυμα τοποθετείται σε ποτήρι ζέσεως και προστίθεται στάγδην διάλυμα $BaCl_2$ 0,5M, οπότε παρατηρείται σχηματισμός λευκού ιζήματος. Η προσθήκη διαλύματος $BaCl_2$ συνεχίζεται μέχρι να σταματήσει να σχηματίζεται ίζημα.
5. Προκειμένου να ελεγχθεί η ολοκλήρωση της καταβύθισης όλων των θειικών ιόντων, παραλαμβάνονται λίγα ml του διαλύματος σε δοκιμαστικό σωλήνα και προστίθενται σταγόνες $BaCl_2$. Αν το διάλυμα θολώσει συνεχίζεται η προσθήκη χλωριούχου βαρίου στο κυρίως διάλυμα και γίνεται επανέλεγχος, αν όχι η καταβύθιση των θειικών ιόντων έχει ολοκληρωθεί. Η διαδικασία αυτή κρίνεται απαραίτητη

προκειμένου να αποφευχθεί η περίσσεια ιόντων βαρίου και χλωριόντων με αποτέλεσμα να συνυπολογίζονται στην τελική ζύγιση και να επηρεάζεται ο υπολογισμός της απόδοσης της διεργασίας.

6. Το διάλυμα παραμένει σε ηρεμία μερικά λεπτά. Στην συνέχεια μπορεί είτε να διηθηθεί είτε να συνεχιστεί η διαδικασία στο υπάρχον μίγμα.
7. Στη συνέχεια προστίθεται διάλυμα $(NH_4)_2CO_3$ σταγόνα σταγόνα υπό συνεχή ανάδευση, οπότε παρατηρείται σχηματισμός λευκού ιζήματος. Η προσθήκη διαλύματος $(NH_4)_2CO_3$ συνεχίζεται μέχρι να σταματήσει να σχηματίζεται ίζημα.
8. Προκειμένου να ελεγχθεί η ολοκλήρωση της καταβύθισης όλων των ιόντων ασβεστίου, παραλαμβάνονται λίγα ml του διαλύματος σε δοκιμαστικό σωλήνα και προστίθενται σταγόνες $(NH_4)_2CO_3$. Αν το διάλυμα θολώσει συνεχίζεται η προσθήκη $(NH_4)_2CO_3$ στο κυρίως διάλυμα και γίνεται επανέλεγχος, αν όχι η καταβύθιση των ιόντων ασβεστίου έχει ολοκληρωθεί.
9. Το διάλυμα παραμένει σε ηρεμία για 5-10 λεπτά ώστε αν ολοκληρωθεί η καταβύθιση και έπειτα διηθείται. Το διήθημα συλλέγεται σε ποτήρι ζέσεως και το ίζημα απορρίπτεται.
10. Μετά τη διήθηση το διάλυμα εξουδετερώνεται με αραιό διάλυμα HCl 0,1M, το οποίο προστίθεται σταγόνα σταγόνα. Το pH ελέγχεται συνεχώς με πεχαμετρικό χαρτί.
11. Το διάλυμα όπως είναι στο ποτήρι ζέσεως, εξατμίζεται μέχρι ξηρού με λύχνο Bunsen σε ήπια φλόγα και παραλαμβάνεται το στερεό NaCl απαλλαγμένο από προσμίξεις.
12. Παραλαμβάνεται μικρή ποσότητα από το καθαρισμένο αλάτι (περίπου 3,5g) και διαλύεται σε 10mL νερό, ώστε να παρασκευαστεί διάλυμα ίδιας συγκέντρωσης με αυτή του αρχικού κορεσμένου διαλύματος NaCl προκειμένου να γίνει ο έλεγχος της καθαρότητας του παραγόμενου NaCl. Το διάλυμα μοιράζεται σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες που αριθμούνται (3 και 4).
13. Στους δοκιμαστικούς σωλήνες 1 και 3, προστίθεται ίδια ποσότητα διαλύματος $BaCl_2$ 1M (2-3 σταγόνες) και οι δοκιμαστικοί ανακινούνται καλά. Καταγράφεται αν παρατηρείται θόλωμα.
14. Στους δοκιμαστικούς σωλήνες 2 και 4 προστίθεται ίδια ποσότητα διαλύματος Na_2CO_3 (2-3 σταγόνες) και οι δοκιμαστικοί ανακινούνται καλά. Καταγράφεται αν παρατηρείται θόλωμα.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να γραφούν οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται στα στάδια 4, 6, 12 και 13.

2. Να γίνει το διάγραμμα ροής της πειραματικής διαδικασίας.
3. Να υπολογιστεί η απόδοση του καθαρισμού.

Ερωτήσεις

1. Μπορεί να γίνει ο καθαρισμός NaCl με ανακρυστάλλωση; Για την απάντηση να χρησιμοποιήσετε τα δεδομένα του Πίνακα 1.

Πίνακας 1: Διαλυτότητες χλωριούχου νατρίου και προσμίξεών του

Χημική ένωση	Σύσταση ακάθαρτου NaCl (% κ.β.)	Διαλυτότητα (g/100 mL)	
		20°C	100°C
NaCl	95	35,5	39,1
$CaSO_4$	1	0,3	0,2
$MgSO_4$	1	26,9	68,3
Na_2SO_4	1	48,8	49,5

Άσκηση 2: Καθαρισμός χλωριούχου νατρίου με διάλυση και καταβύθισή του

Σε κορεσμένο υδατικό διάλυμα NaCl λαμβάνει χώρα δυναμική ισορροπία μεταξύ του άλατος και των ιόντων του στο διάλυμα όπως φαίνεται στην (4).

$$NaCl_{(s)} \leftrightarrow Na^+_{(aq)} + Cl^-_{(aq)} \qquad (4)$$

Αν στο διάλυμα διοχετευτεί αέριο HCl, αυτό διαλύεται στο νερό και ιοντίζεται πλήρως, σύμφωνα με την αντίδραση (5).

$$HCl_{(g)} + H_2O_{(l)} \rightarrow H_3O^+_{(aq)} + Cl^-_{(aq)} \qquad (5)$$

Η προσθήκη HCl αυξάνει τη συγκέντρωση των ιόντων Cl^-στο διάλυμα. Λόγω του κοινού ιόντος Cl^-, η ισορροπία διάλυσης του NaCl μετατοπίζεται προς τα αριστερά, σύμφωνα με την αρχή Le Chatelier. Εφόσον το αρχικό διάλυμα είναι κορεσμένο ως προς το NaCl, η μετατόπιση αυτή οδηγεί σε καταβύθιση NaCl.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι ο καθαρισμός του χλωριούχου νατρίου από ανεπιθύμητες προσμίξεις με την τεχνική της διάλυσης και καταβύθισης, με διοχέτευση αερίου υδροχλωρίου.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*	
▪ Ακάθαρτο αλάτι (δείγμα προς καθαρισμό) ▪ Μαγειρικό αλάτι (για παραγωγή αέριου HCl) ▪ π. H_2SO_4 96-98% p.a. ▪ Αζεότροπο μίγμα HCl-H_2O ▪ Αιθανόλη (CH_3CH_2OH) ▪ Διάλυμα $BaCl_2$ 1M ▪ Διάλυμα Na_2CO_3 1M ▪ Βαζελίνη	▪ Σφαιρική φιάλη* ▪ Διαχωριστική χοάνη* ▪ Πλυντρίδα* ▪ Χωνί* ▪ Ποτήρι ζέσεως 400 mL* ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Μεταλλικός τρίποδας ▪ Πυρίμαχο πλέγμα ▪ Μεταλλικά στηρίγματα ▪ Σφικτήρες ▪ Ογκομετρικοί κύλινδροι 10 και 100 mL ▪ Ράβδος ανάδευσης ▪ Χωνί ταχείας διήθησης	▪ Λαστιχένιοι σωλήνες ▪ Ποτήρια ζέσεως 250mL ▪ Σπαθίδα ▪ Διπλοί κοχλίες ▪ Μεταλλικός δακτύλιος ▪ Πυριατήριο ▪ Ξηραντήρας ▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ▪ Ύαλος ωρολογίου ▪ Δοκιμαστικοί σωλήνες και στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων ▪ Διηθητικό χαρτί

*Τα σκεύη αυτά δίνονται όλα μαζί σε συσκευασία και επιστρέφονται καθαρά, όπως παραλαμβάνονται στο κουτί.

1. Παρασκευάζεται κορεσμένο διάλυμα ακάθαρτου NaCl (διαλυτότητα NaCl ~36 g στα 100 mL νερού). Το μίγμα αναδεύεται καλά μέχρι να διαλυθεί όλο το αλάτι. Σε περίπτωση που παραμένει θολό ή έχει στερεά υπολείμματα το μίγμα διηθείται και το ίζημα απορρίπτεται.
2. Μικρή ποσότητα του διηθήματος (10 mL) μοιράζεται σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες που αριθμούνται (1 και 2). Τοποθετούνται στο

στήριγμα και παραμένουν εκεί ώστε να χρησιμοποιηθούν στο τέλος για τον έλεγχο της καθαρότητας του παραγόμενου χλωριούχου νατρίου.

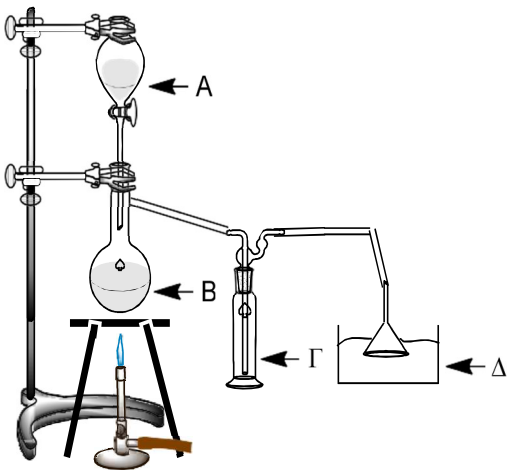
3. Σε απαγωγό συναρμολογείται η διάταξη, που φαίνεται στο Σχήμα 1. Κατά τη συναρμολόγηση θα πρέπει:
   - Να προσαρμοστεί στη σφαιρική φιάλη ο τριοδικός σωλήνας και ο συστολέας του (βρίσκονται αμφότερα στη συσκευασία) πριν τη σύνδεση με το σωλήνα και την πλυντρίδα.
   - Σε όλες τις εσμυρισμένες επιφάνειες να μπει μικρή ποσότητα βαζελίνης για να αποφευχθούν προβλήματα κατά την αποσυναρμολόγηση της διάταξης.
   - Η σφαιρική φιάλη (Β) να βρίσκεται σε απόσταση 1-1,5cm από το πλέγμα.
   - Το χωνί στο ποτήρι με το κορεσμένο διάλυμα πρέπει να βρίσκεται βυθισμένο στο κορεσμένο διάλυμα αλλά δεν πρέπει να ακουμπά στον πυθμένα.
   - Προκειμένου η πλυντρίδα (Γ) και το χωνί (Δ) να είναι σταθερά μπορούν να στηριχθούν σε μεταλλικά στηρίγματα με σφικτήρες (Σχ. 1).
   - Η διάταξη πρέπει να ελεγχθεί από τον υπεύθυνο πριν ξεκινήσει το πείραμα.
4. Προστίθενται 40 g μαγειρικού NaCl στη σφαιρική φιάλη (Β) και μικρή ποσότητα απιονισμένου νερού (3-5 mL).
5. Προστίθενται 40 mL πυκνού διαλύματος θειικού οξέος (π. H_2SO_4) στη διαχωριστική χοάνη (Α) εντός του απαγωγού με χρήση προστατευτικών μέσων (γάντια νιτριλίου, γυαλιά). Πριν την προσθήκη του θειικού οξέος να ελεγχθεί ότι η στρόφιγγα είναι κλειστή (οριζόντια θέση).

Έναρξη καθαρισμού

6. Εφόσον έχει ολοκληρωθεί ο έλεγχος της διάταξης από τον υπεύθυνο, ενεργοποιείται η φλόγα στο λύχνο Bunsen και ανοίγεται η στρόφιγγα της διαχωριστικής χοάνης ώστε να επιτυγχάνεται η ελάχιστη δυνατή ροή π.H_2SO_4. Το π. H_2SO_4 προστίθεται στάγδην στο μαγειρικό αλάτι (Β) και η σφαιρική φιάλη θερμαίνεται ήπια, οπότε λαμβάνει χώρα παραγωγή αερίου HCl.
7. Το αέριο HCl στη συνέχεια διοχετεύεται στο ποτήρι ζέσης (Δ) που περιέχει το κορεσμένο διάλυμα ακάθαρτου NaCl, μέσω της κενής πλυντρίδας (Γ) που λειτουργεί σαν ενδιάμεσο δοχείο ασφαλείας / παγίδα. Παρατηρείται σχηματισμός κρυστάλλων χλωριούχου νατρίου και καταβύθιση (Εικ. 1). Καθ' όλη τη διάρκεια του πειράματος απαιτείται συνεχής επίβλεψη της διάταξης. Σε περίπτωση έντονου βρασμού,

απότομης αύξησης της ροής αερίου ή οποιασδήποτε άλλης απόκλισης από την κανονική λειτουργία, διακόπτεται άμεσα η παροχή αερίου/θερμότητας και ενημερώνεται ο υπεύθυνος.

8. Η διαδικασία σταματά αφού εξαντληθεί το θειικό οξύ και δεν παρατηρείται ροή HCl στο κορεσμένο διάλυμα.
9. Μετά την ολοκλήρωση της καταβύθισης του NaCl, το ποτήρι ζέσεως παραμένει για 10 λεπτά περίπου στον απαγωγό, για να απομακρυνθεί η περίσσεια του HCl προς αποφυγή έκθεσης στους ατμούς του.
10. Το διάλυμα διηθείται με απλή διήθηση ή διήθηση υπό κενό με χωνί Büchner και διπλό διηθητικό χαρτί.
11. Ακολουθεί έκπλυση του ιζήματος με αζεότροπο διάλυμα HCl-H_2O για την απομάκρυνση υδατοδιαλυτών προσμίξεων που περιέχονται στο μητρικό υγρό, και ενδέχεται να έχουν προσροφηθεί στην επιφάνεια του ιζήματος. Προαιρετικά μπορεί να ακολουθήσει έκπλυση με μικρή ποσότητα αιθανόλης, ώστε να διευκολυνθεί η ξήρανση του ιζήματος. Ο ηθμός με το ίζημα τοποθετείται στο πυριατήριο στους 105 ^oC προς ξήρανση. Μετά την ξήρανση μεταφέρεται σε ξηραντήρα και ακολουθεί ζύγιση.





Σχήμα 1: Πειραματική διάταξη για τον καθαρισμό του NaCl.
Α: πυκνό H_2SO_4, Β:μαγειρικό αλάτι, Γ: κενή πλυντρίδα και Δ: κορεσμένο διάλυμα ακάθαρτου NaCl.



Εικόνα 1: Σχηματισμός κρυστάλλων NaCl και καταβύθιση.

Έλεγχος καθαρότητας

12. Διαλύονται περίπου 3,5 g καθαρισμένου αλατιού σε 10 mL νερό, ώστε να παρασκευαστεί διάλυμα συγκρίσιμης συγκέντρωσης με αυτή του αρχικού κορεσμένου διαλύματος NaCl.
13. Το διάλυμα μοιράζεται σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες που αριθμούνται (3 και 4) και ακολουθεί ο έλεγχος της καθαρότητας του παραγόμενου άλατος όπως περιγράφεται παρακάτω.
14. Για να ελεγχθεί **η παρουσία SO_4^{2-}**, στους δοκιμαστικούς σωλήνες 1 και 3, προστίθεται ίσος αριθμός σταγόνων διαλύματος $BaCl_2$ 1M (2-3 σταγόνες) και οι δοκιμαστικοί σωλήνες ανακινούνται καλά. Καταγράφεται αν παρατηρείται θόλωμα.
15. Για να ελεγχθεί **η παρουσία Ca^{2+}**, στους δοκιμαστικούς σωλήνες 2 και 4 προστίθεται ίδιος αριθμός σταγόνων διαλύματος Na_2CO_3 1M (2-3 σταγόνες) και οι δοκιμαστικοί σωλήνες ανακινούνται καλά. Καταγράφεται η παρατήρηση ή μη θολώματος.

Σημείωση:
Στο τέλος της πειραματικής εργασίας, η διάταξη αφήνεται να ψυχθεί και στη συνέχεια αποσυναρμολογείται και ξεπλένεται στον απαγωγό. Η προσθήκη νερού στη σφαιρική φιάλη και στη διαχωριστική χοάνη πρέπει να γίνεται με ιδιαίτερη προσοχή, καθώς αυτές ενδέχεται να περιέχουν θειικό οξύ. Τα λάστιχα μεταφοράς αερίου και η πλυντρίδα πρέπει να παραμείνουν στον απαγωγό μέχρι να απομακρυνθεί τυχόν περίσσεια αέριου HCl.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να γραφούν οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται στα στάδια 5, 9 και 10.

2. Να γίνει το διάγραμμα ροής της πειραματικής διαδικασίας.
3. Να υπολογιστεί η ανάκτηση του προϊόντος της διαδικασίας καθαρισμού NaCl.
4. Με ποιον τρόπο ελέγχεται η καθαρότητα του προϊόντος;

Ερωτήσεις

1. Συγκρίνετε αν υπάρχουν τυχόν διαφορές μεταξύ των ιζημάτων που λαμβάνονται μετά τον καθαρισμό του NaCl με διοχέτευση αερίου HCl σε κορεσμένο διάλυμά του και με εκλεκτική διαδοχική καταβύθιση των ανεπιθύμητων προσμίξεών του με προσθήκη κατάλληλων αντιδραστηρίων.
2. Ποιος είναι ο ρόλος της πλυντρίδας στη διάταξη;
3. Γιατί δε γίνεται απευθείας προσθήκη π. HCl στο διάλυμα ακάθαρτού NaCl;

Βιβλιογραφία

1. http://www.gcsl.gr/media/trofima/38-iss1.pdf
2. Ebbing, D. D., & Gammon, S. D., Γενική Χημεία, μτφ. Ελληνικά Κλούρας Ν., Εκδόσεις ΤΡΑΥΛΟΣ, 10η έκδοση, Αθήνα (2014).
3. Ihsan D., Djaeni M., Improving public salt quality by chemical treatment, Journal of Coastal Development , Volume5, Issue 3, pages 111-116, 2002.
4. Sedivy V.M., Environmental balance of salt production speaks in favour of solar saltworks, Global NEST Journal, Volume 11, Issue 1, pages 41- 48, 2009.
5. Παρισάκης Γ., Ανόργανη Πειραματική Χημεία, εκδόσεις Παπασωτηρίου, 1η έκδοση, Αθήνα (1995)
6. Μαρκόπουλος Ι., Μητσοπούλου Χ. κ.α., Εργαστηριακές Ασκήσεις Γενικής και Ανόργανης Χημείας, Εκδόσεις Σταμούλη, 1η έκδοση, Αθήνα (2005).

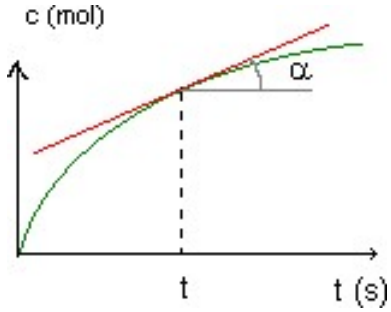
Μελέτη της ταχύτητας Αντίδρασης $CaCO_3$ και Οξέος

Βασική Θεωρία

Η ταχύτητα μιας αντίδρασης δεν είναι σταθερή καθ' όλη τη διάρκεια της. Συνήθως, η ταχύτητα είναι μέγιστη στην αρχή, ελαττώνεται με την πάροδο του χρόνου, καθώς μειώνεται η συγκέντρωση των αντιδρώντων, ώσπου στο τέλος να μηδενιστεί. Οι μετρήσεις μεταβολών συγκεντρώσεων αντιδρώντων ή προϊόντων σε κάποιο χρονικό διάστημα Δt, αφορούν τον προσδιορισμό της μέσης ταχύτητας της αντίδρασης για το χρονικό αυτό διάστημα.

Η γραφική παράσταση της μεταβολής της συγκέντρωσης ενός από τα συστατικά του μίγματος αντιδρώντων και προϊόντων της αντίδρασης παρέχει την καμπύλη της αντίδρασης.

Η ταχύτητα της αντίδρασης σε κάθε χρονική στιγμή (στιγμιαία ταχύτητα) ισούται με την εφαπτομένη της γωνίας α (tanα), που σχηματίζουν η εφαπτομένη της καμπύλης σε συγκεκριμένο σημείο που αντιστοιχεί στη δεδομένη χρονική στιγμή και η παράλληλη προς τον άξονα του χρόνου ευθεία, που διέρχεται από αυτό το σημείο (Σχήμα 1).



Σχήμα 1: Καμπύλη αντίδρασης

Για κάθε αντίδραση η ταχύτητα της εξαρτάται από τους εξής παράγοντες:

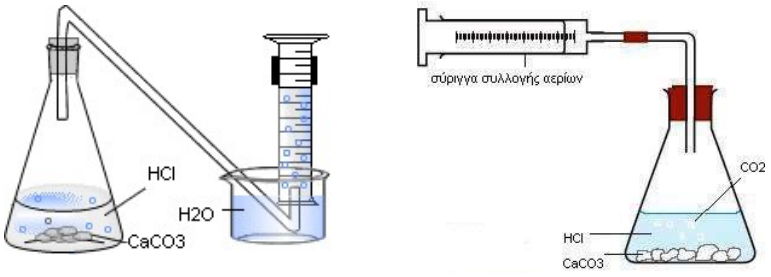
- τη συγκέντρωση των αντιδρώντων. Αύξηση της συγκέντρωσης συνεπάγεται και αύξηση της ταχύτητας της αντίδρασης. Τα στερεά σώματα παραλείπονται από τον υπολογισμό της ταχύτητας αντίδρασης, γιατί αντιδρούν μόνο επιφανειακά.

- την πίεση, μόνο εφ' όσον μεταξύ των αντιδρώντων ή των προϊόντων, υπάρχουν αέρια.
- την επιφάνεια επαφής στερεών. Αύξηση της επιφάνειας επαφής ενός στερεού προκαλεί αύξηση της ταχύτητας της αντίδρασης. Για αυτό πρέπει τα στερεά που συμμετέχουν στις αντιδράσεις να είναι σε λεπτό διαμερισμό.
- τη θερμοκρασία. Αύξηση της θερμοκρασίας συνεπάγεται και αύξηση της ταχύτητας της αντίδρασης.
- τις ακτινοβολίες. Ορισμένες χημικές αντιδράσεις επηρεάζονται από την επίδραση ακτινοβολιών και
- τους καταλύτες. Η ταχύτητα πολλών χημικών αντιδράσεων αυξάνεται με την προσθήκη μικρών ποσοτήτων ορισμένων ουσιών, οι οποίες τελικά δεν αλλοιώνται και ονομάζονται καταλύτες.

Το ανθρακικό ασβέστιο ($CaCO_3$), ένα από τα σπουδαιότερα ανθρακικά άλατα, απαντάται στον ασβεστόλιθο και στο μάρμαρο. Κατά την αντίδραση του με το υδροχλωρικό οξύ (HCl) εκλύεται διοξείδιο του άνθρακα (CO_2) σύμφωνα με την αντίδραση:

$$CaCO_{3\,(s)} + 2HCl_{(aq)} \rightarrow CaCl_{2(aq)} + H_2O_{(l)} + CO_{2(g)}$$

Η παραγωγή του διοξειδίου του άνθρακα (CO_2) μπορεί να παρατηρηθεί με το σχηματισμό φυσαλίδων και η συλλογή του γίνεται με κατάλληλη διάταξη συλλογής αερίων (gas jar ή gas syringe, Σχήμα 2).



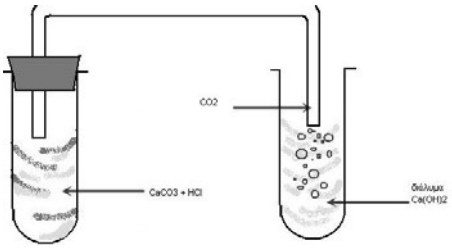
Σχήμα 2: Τρόποι συλλογής αερίων

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παρατήρηση της διάσπασης ανθρακικού άλατος ($CaCO_3$) κατά την αντίδραση του με οξύ, η συλλογή του παραγόμενου αερίου, η ταυτοποίηση του και η μελέτη του ρυθμού παραγωγής του.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Διάλυμα HCl 1M • Διάλυμα HCl 3M • Διάλυμα HCl 6M • Διάλυμα $Ca(OH)_2$ • Ασβεστόλιθος ($CaCO_3$) διαφορετικής κοκκομετρίας	▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ▪ Ύαλοι ωρολογίου ▪ Σπαθίδα ▪ Σφαιρική φιάλη 100 mL με εσμυρισμένο πώμα ▪ Υάλινος σύνδεσμος κεκαμένος σε μέγεθος κατάλληλο για το στόμιο της σφαιρικής φιάλης ▪ Σιδερένια στηρίγματα και σιδερένιοι σφικτήρες ▪ Σιφώνιο μέτρησης 10 mL ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος 250 mL ή 100 mL ▪ Ελαστικοί σωλήνες ▪ Ποτήρι ζέσεως 500 mL ▪ Δοκιμαστικοί σωλήνες ▪ Διάτρητα πώματα σε μέγεθος κατάλληλο για το στόμιο δοκιμαστικού σωλήνα

1. Τοποθετούνται 1-2 κόκκοι ασβεστόλιθου σε δοκιμαστικό σωλήνα και προστίθεται μικρή ποσότητα διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 1Μ. Παρατηρείται ο σχηματισμός φυσαλίδων.
2. Πωματίζεται αμέσως ο δοκιμαστικός σωλήνας και το παραγόμενο αέριο διοχετεύεται σε ασβεστόνερο (διάλυμα υδροξειδίου του ασβεστίου $Ca(OH)_2$), το οποίο περιέχεται σε δοκιμαστικό σωλήνα (Σχήμα 3).



Σχήμα 3: Ταυτοποίηση του διοξειδίου του άνθρακα

3. Ζυγίζεται ποσότητα περίπου 0,5 g ασβεστόλιθου μεγάλης κοκκομετρίας (1 - 2 κόκκοι) σε ύαλο ωρολογίου και μεταφέρεται στη σφαιρική φιάλη.
4. Συναρμολογείται η διάταξη συλλογής αερίου. Ο αντεστραμμένος σωλήνας βυθισμένος σε ποτήρι ζέσεως και γεμάτος με νερό είναι το δοχείο συλλογής του παραγόμενου αερίου (Σχήμα 4).
5. Προστίθενται στη σφαιρική φιάλη 5 mL διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6Μ και κλείνεται αμέσως με τον υάλινο κεκαμένο σύνδεσμο. Η σφαιρική φιάλη συνδέεται με ελαστικό σωλήνα με το δοχείο συλλογής αερίων.



Σχήμα 4: Πειραματική διάταξη

6. Καταγράφεται ο χρόνος (σε sec) της μεταβολής του όγκου του αερίου που παράγεται κάθε 10 mL μέχρι να μην παρατηρούνται αλλαγές στον όγκο του παραγόμενου αερίου για 3 συνεχόμενες μετρήσεις.
7. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 3-6 για ασβεστόλιθο ίδιας κοκκομετρίας με χρήση διαλύματος HCl 3Μ και 1Μ.
8. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 3-6 για ασβεστόλιθο μεσαίας κοκκομετρίας με χρήση 5 mL διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6Μ, 3 Μ και 1Μ.

9. Επαναλαμβάνονται τα βήματα 3-6 για ασβεστόλιθο σε μορφή σκόνης, με χρήση 5 mL διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 3M και 1M.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Από τις πειραματικές μετρήσεις συμπληρώνεται ο παρακάτω πίνακας:

Πίνακας 1: Πειραματικές μετρήσεις

Χρόνος t (sec)	Όγκος παραγόμενου αερίου V_t (mL)

2. Στη συνέχεια σχεδιάζεται το γράφημα (t, V_t).
3. Συμπληρώνονται οι πίνακες και σχεδιάζονται τα αντίστοιχα γραφήματα με τα αποτελέσματα όλων των πειραμάτων που έγιναν (διαφορετική κοκκομετρία ασβεστόλιθου - διαφορετική συγκέντρωση διαλυμάτων υδροχλωρικού οξέος). Σχολιάζονται οι διαφορές μεταξύ των γραφημάτων.

Ερωτήσεις

1. Όταν διαβιβάστηκε το παραγόμενο αέριο από την αντίδραση ασβεστόλιθου – υδροχλωρικού οξέος σε ασβεστόνερο παρατηρήθηκε θόλωμα του διαλύματος. Να εξηγήσετε πού οφείλεται;
2. Να γραφτούν και άλλοι τρόποι ταυτοποίησης του διοξειδίου του άνθρακα (CO_2).
3. Μελετώντας τα αποτελέσματα των πειραματικών δοκιμών, που έγιναν, να εξηγηθεί ποιοι παράγοντες και με ποιο τρόπο επηρεάζουν την ταχύτητα αντίδρασης ασβεστόλιθου - υδροχλωρικού οξέος.
4. Αν συγκριθούν τα αποτελέσματα μετρήσεων των πειραμάτων με χρήση διαφορετικής κοκκομετρίας ασβεστόλιθου και διαλύματος

υδροχλωρίου συγκέντρωσης 1Μ, σε ποια περίπτωση η ταχύτητα στο 1ο min της αντίδρασης είναι μικρότερη; Πώς το εξηγείτε;

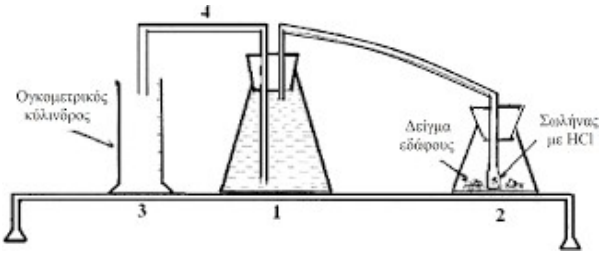
5. Αν συγκριθούν τα αποτελέσματα μετρήσεων των πειραμάτων με χρήση ασβεστόλιθου μεσαίας κοκκομετρίας και διαλύματος υδροχλωρίου συγκέντρωσης 1Μ, 3Μ και 6Μ, σε ποια περίπτωση η ταχύτητα στο 1ο min της αντίδρασης είναι μεγαλύτερη; Πώς το εξηγείτε;

6. Από τα πειραματικά σας δεδομένα να υπολογιστεί η μέση ταχύτητα αντίδρασης σε κάθε περίπτωση :

$$Μέση\ ταχύτητα\ αντίδρασης\ \left(\frac{mL}{\text{sec}}\right) = \frac{Συνολικός\ όγκος\ παραγόμενου\ αερίου\ (mL)}{Χρόνος\ αντίδρασης\ (\text{sec})}$$

7. Η παραγωγή του διοξειδίου του άνθρακα (CO2) μπορεί να καταγραφεί και με μέτρηση μάζας. Να περιγράψετε μια τέτοια πειραματική διαδικασία. Σε ποιο νόμο βασίζεται η συγκεκριμένη διαδικασία.

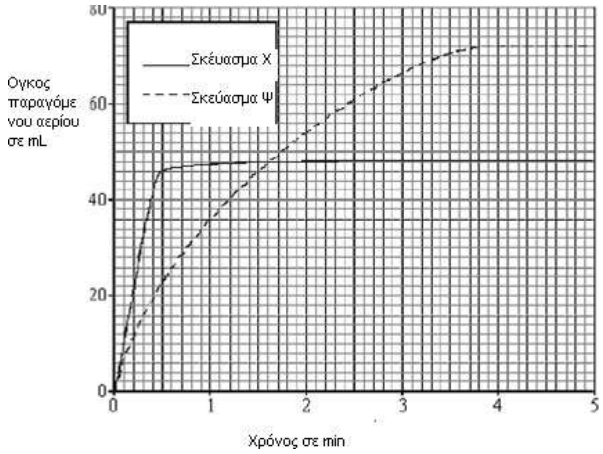
8. Είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθεί η παραπάνω διαδικασία για να υπολογισθεί η περιεκτικότητα του εδάφους σε ανθρακικό ασβέστιο (Σχήμα 5);



Σχήμα 5: Διάταξη για τον έλεγχο χαρακτηριστικών εδάφους

9. Πολλά φαρμακευτικά σκευάσματα για τη δυσπεψία περιέχουν δραστική ουσία ανθρακικό ασβέστιο. Το ανθρακικό ασβέστιο εξουδετερώνει ποσότητα του υδροχλωρικού οξέος στο στομάχι. Δύο τέτοια σκευάσματα Χ και Ψ αντέδρασαν με περίσσεια υδροχλωρικού οξέος. Ο όγκος του αερίου που παράγεται (σε mL) μετρήθηκε κάθε 1 min. Τα αποτελέσματα δίνονται στο Σχήμα 6. Να απαντήσετε στις παρακάτω ερωτήσεις:
   α) Ποιο σκεύασμα περιέχει περισσότερο ανθρακικό ασβέστιο;
   β) Ποιο σκεύασμα αντέδρασε πιο γρήγορα με το υδροχλωρικό οξύ;

γ) Πώς εξηγείτε τη μορφή του γραφήματος για το σκεύασμα Χ στο χρονικό διάστημα 3-5 min.



Σχήμα 6: Γράφημα μεταβολής όγκου παραγόμενου αερίου σε σχέση με το χρόνο

Βιβλιογραφία

1. Λιοδάκης Στ., Γάκης Δ., Θεοδωρόπουλος Δ., Θεοδωρόπουλος Π., Κάλλης Αν., Χημεία θετικής κατεύθυνσης, ΙΤΥΕ, έκδοση2013
2. Μητσιάδης, Σιδέρης , Οδηγός Πειραμάτων Χημείας, Εκδόσεις Σαββάλα, 1η έκδοση, Αθήνα (1994)
3. Ραγκούσης Τ., Κατσίνης Δ., Αγγελόπουλος Β., Πειράματα και Εργαστηριακές Ασκήσεις Χημείας, Εκδόσεις Σαββάλα, 1η έκδοση, Αθήνα (1994)
4. https://edu.rsc.org/experiments/

Χημική Κινητική Αντίδρασης-Υπολογισμός της Σταθεράς της Ταχύτητας Χημικής Αντίδρασης

Βασική Θεωρία

Ταχύτητα αντίδρασης

Η χημική κινητική αποτελεί τον κλάδο της Χημείας που έχει ως αντικείμενο τη μελέτη της ταχύτητας και του μηχανισμού μιας χημικής αντίδρασης. Χαρακτηριστικό μέγεθος για την εξέλιξη της πορείας μιας αντίδρασης είναι η ταχύτητα μιας αντίδρασης, η οποία και εκφράζει πόσο γρήγορα πραγματοποιείται αυτή η αντίδραση. Επιπλέον, κατά την πραγματοποίηση των χημικών αντιδράσεων συχνά δε λαμβάνει χώρα απ' ευθείας μετατροπή των αντιδρώντων σωμάτων στα προϊόντα της αντίδρασης, αλλά η μετατροπή συντελείται μέσω μιας σειράς ενδιάμεσων αντιδράσεων (σταδίων). Ο μηχανισμός μιας χημικής αντίδρασης είναι η περιγραφή όλων των επιμέρους αντιδράσεων οι οποίες, αθροιζόμενες, παρέχουν τη συνολική αντίδραση.

Η ταχύτητα ($υ$) μιας χημικής αντίδρασης ορίζεται με βάση το λόγο της μεταβολής της συγκέντρωσης ενός από τα αντιδρώντα σώματα ή τα προϊόντα της προς το χρονικό διάστημα, κατά τη διάρκεια του οποίου συντελέστηκε η μεταβολή. Επομένως, για την αντίδραση της γενικής μορφής:

$$\alpha A + \beta B \rightarrow \gamma \Gamma + \varepsilon E \qquad (1)$$

η ταχύτητα της αντίδρασης είναι ίση με την αύξηση της γραμμομοριακής συγκέντρωσης ενός προϊόντος, ή την ελάττωση της γραμμομοριακής συγκέντρωσης σε ένα από τα αντιδρώντα σώματα, προς το χρόνο Δt στον οποίο εκδηλώνεται η μεταβολή, δηλαδή ορίζεται ως:

$$u = -\frac{1}{\alpha}\frac{\Delta[A]}{\Delta t} = -\frac{1}{\beta}\frac{\Delta[B]}{\Delta t} = \frac{1}{\gamma}\frac{\Delta[\Gamma]}{\Delta t} = \frac{1}{\varepsilon}\frac{\Delta[E]}{\Delta t} \qquad (2)$$

Όπου $\Delta[A]$είναι η μεταβολή της συγκέντρωση του αντιδρώντος σώματος Α σε χρονικό διάστημα Δt, κ.ο.κ. Το πρόσημο στις εξισώσεις έχει φυσική σημασία, με το - να δηλώνει ελάττωση της συγκέντρωσης και το + αύξηση της συγκέντρωσης.

Να σημειωθεί ότι ο ρυθμός μεταβολής της συγκέντρωσης με το χρόνο δεν

είναι γενικά ο ίδιος για όλες τις ουσίες που παίρνουν μέρος σε μια χημική αντίδραση και η ταχύτητα της αντίδρασης δεν είναι σταθερή σε όλη τη διάρκεια του φαινομένου: έτσι, συνήθως, στην αρχή η ταχύτητα είναι μέγιστη και ελαττώνεται με την πάροδο του χρόνου καθώς συνεχώς μειώνεται η συγκέντρωση των αντιδρώντων, ώσπου στο τέλος μηδενίζεται. Οι μετρήσεις των μεταβολών των συγκεντρώσεων των αντιδρώντων ή προϊόντων σε χρονικό διάστημα *Δt*, αφορούν τη μέση ταχύτητα της αντίδρασης για το χρονικό διάστημα, η δε στιγμιαία ταχύτητα ορίζεται όταν *Δt*→0:

$$u = -\frac{1}{\alpha}\frac{d[A]}{dt} = -\frac{1}{\beta}\frac{d[B]}{dt} = \frac{1}{\gamma}\frac{d[\Gamma]}{dt} = \frac{1}{\varepsilon}\frac{d[E]}{dt} \quad (3)$$

Νόμος της ταχύτητας

Ο νόμος της ταχύτητας για μία χημική αντίδραση αποτελεί μία μαθηματική εξίσωση που εκφράζει τη στιγμιαία ταχύτητα σε συνάρτηση με τις συγκεντρώσεις των αντιδρώντων σε μια δεδομένη χρονική στιγμή. Για τη γενικής μορφής αντίδραση (1) ο νόμος ταχύτητας έχει τη μορφή:

$$u = -\frac{1}{\alpha}\frac{d[A]}{dt} = -\frac{1}{\beta}\frac{d[B]}{dt} = k[A]^x[B]^y \quad (4)$$

όπου: *[A]* και *[B]* οι συγκεντρώσεις των αντιδρώντων σωμάτων κατά το χρόνο *t* (σε mol/L) και *k* η σταθερά της ταχύτητας της αντίδρασης, η οποία εξαρτάται από τη φύση του αντιδρώντος συστήματος και για μια καθορισμένη αντίδραση είναι συνάρτηση της θερμοκρασίας.

Η αντίδραση χαρακτηρίζεται *x* τάξης ως προς το αντιδρών Α και *y* τάξης ως προς το αντιδρών Β, ενώ η συνολική τάξη της αντίδρασης είναι το άθροισμα των εκθετών (*x+y*). Πρέπει να σημειωθεί ότι ο νόμος ταχύτητας μίας χημικής αντίδρασης δεν δύναται να εξαχθεί από τη στοιχειομετρία της αντίδρασης αλλά μπορεί μόνο να προσδιοριστεί πειραματικά.

Επισημαίνεται ότι, η (στοιχειομετρική) χημική εξίσωση μιας αντίδρασης (εξίσωση 1) εκφράζει τη γενική μεταβολή της αντίδρασης χωρίς να αναφέρεται στα τυχόν ενδιάμεσα προϊόντα, τα οποία πιθανόν να σχηματίζονται, και δεν λαμβάνει υπόψη αντιδράσεις που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή διαδοχικά. Στην περίπτωση όπου οι στοιχειομετρικοί συντελεστές της χημικής εξίσωσης *α* και *β* ταυτίζονται με

τους εκθέτες x και y, δηλαδή x=α, y=β, τότε η αντίδραση πραγματοποιείται με απλό μηχανισμό και η αντίδραση που περιγράφει η χημική εξίσωση είναι απλή ή στοιχειώδης. Σε αντίθετη περίπτωση, δηλαδή όταν x≠α, y≠β, τότε η αντίδραση δεν είναι απλή αλλά πραγματοποιείται σε περισσότερα στάδια.

Η τάξη μιας αντίδρασης παίζει σημαντικό ρόλο στον καθορισμό του μηχανισμού μιας χημικής αντίδρασης, αφού εκφράζει την αλληλουχία των βημάτων μετατροπής των αντιδρώντων σε προϊόντα. Το αργό στάδιο καθορίζει ουσιαστικά την ταχύτητα μιας αντίδρασης και ονομάζεται και ρυθμο-ρυθμιστικό βήμα της αντίδρασης. Επομένως, η γνώση της συνολικής τάξης μιας αντίδρασης δίνει σημαντικές πληροφορίες για το μηχανισμό της αντίδρασης και παίζει καθοριστικό ρόλο στην κατανόηση της χημικής κινητικής.

Πέρα της συσχέτισης της ταχύτητας της αντίδρασης με τις συγκεντρώσεις των αντιδρώντων, είναι χρήσιμο να γνωρίζουμε τον τρόπο με τον οποίο εξαρτώνται οι συγκεντρώσεις των αντιδρώντων με το χρόνο. Η πληροφορία αυτή λαμβάνεται με ολοκλήρωση της διαφορικής μορφής του νόμου ταχύτητας και οι μαθηματικές σχέσεις που προκύπτουν ονομάζονται ολοκληρωμένοι νόμοι ταχύτητας. Για αντιδράσεις 1ης, 2ης και 3ης τάξης οι ολοκληρωμένοι νόμοι ταχύτητας παρουσιάζονται στον Πίνακα 1:

Πίνακας 1: Διαφορικοί και ολοκληρωμένοι τύποι του νόμου ταχύτητας

Τάξη	Νόμος ταχύτητας	Ολοκληρωμένος νόμος ταχύτητας	Γραφική παράσταση
0	$\upsilon=k$	$[A]_o - [A]=kt$	*[A] ως προς t*
1	$\upsilon=k[A]$	$ln[A]=-kt+ln[A]_o$	*log[A] ως προς t*
2	$\upsilon=k[A]^2$	$1/[A]-1/[A]_o=kt$	*1/[A] ως προς t*

Η ταχύτητα μιας αντίδρασης επηρεάζεται από τη φύση και τη συγκέντρωση των αντιδρώντων, την πίεση (με την προϋπόθεση ότι ένα τουλάχιστον από τα αντιδρώντα είναι αέριο), τη θερμοκρασία, το εμβαδό της διεπιφάνειας μεταξύ των αντιδρώντων φάσεων-ιδιαίτερα των στερεών, την παρουσία καταλυτών και την έκθεση σε ακτινοβολίες (φωτοχημικές, ακτινοχημικές αντιδράσεις).

Η σχέση που περιγράφει τη μεταβολή της ταχύτητας αντίδρασης με τη θερμοκρασία είναι η εμπειρική εξίσωση Arrhenius, η οποία συνδέει τη σταθερά της ταχύτητας με την απόλυτη θερμοκρασία Τ και συγκεκριμένα:

$$k = Ae^{-E\alpha/RT} \qquad (5)$$

όπου: *A* ο παράγοντας συχνότητας, *e* η βάση των φυσικών λογαρίθμων, E_αη ενέργεια ενεργοποίησης της αντίδρασης και *R* η παγκόσμια σταθερά των αερίων.

Επειδή, η σχέση μεταξύ *k* και *T* είναι εκθετική, μία μικρή μεταβολή στην *T* προκαλεί μία σχετικά μεγάλη μεταβολή στην *k*, επομένως και μεταβολή στην ταχύτητα της αντίδρασης.

Μία παράμετρος που μπορεί να επηρεάσει θετικά ή αρνητικά τη ταχύτητα της αντίδρασης είναι οι καταλύτες. Οι καταλύτες δεν καταναλώνονται στη συνολική αντίδραση και δεν επηρεάζουν τη συνολική στοιχειομετρία της αντίδρασης, όμως δίνουν ένα άλλο μηχανισμό αντίδρασης κατά τον οποίο η αντίδραση λαμβάνει χώρα ταχύτερα ή βραδύτερα.

Άλλη μία παράμετρος που μπορεί να επηρεάσει την ταχύτητα της αντίδρασης είναι η ιοντική ισχύς του διαλύματος. Η ιοντική ισχύς του διαλύματος είναι ένα μέγεθος που εκφράζει τη μέση ιοντική πυκνότητα μέσα σε ένα διάλυμα και άρα, αποτελεί μέτρο των ηλεκτροστατικών αλληλεπιδράσεων σε αυτό.

Ανακεφαλαιώνοντας, η μελέτη του μηχανισμού μιας χημικής αντίδρασης περιλαμβάνει τα ακόλουθα:

- Μέτρηση της ταχύτητας αντίδρασης
- Εξαγωγή του νόμου της ταχύτητας
- Υπόθεση για το μηχανισμό της αντίδρασης και έλεγχος της συμφωνίας του με τα πειραματικά δεδομένα
- Πειραματική επιβεβαίωση

Μελέτη της χημικής κινητικής της οξείδωσης ιόντων ιωδίου

Στην εργαστηριακή άσκηση θα προσδιοριστεί πειραματικά ο νόμος ταχύτητας της οξείδωσης ιόντων ιωδίου από υπερθειικά ιόντα. Επομένως, θα πρέπει να προσδιοριστεί η τάξη της αντίδρασης ως προς καθένα από τα αντιδρώντα και η σταθερά ταχύτητας της αντίδρασης.

Ένας απλός τρόπος είναι η μέθοδος των αρχικών ταχυτήτων. Η μέθοδος αυτή συνίσταται στην εκτέλεση μίας σειράς πειραμάτων κατά τα οποία ποικίλουν οι αρχικές συγκεντρώσεις των αντιδρώντων. Με την εν λόγω μέθοδο προσδιορίζεται η ταχύτητα σε μικρούς χρόνους αντίδρασης, προτού

σημειωθεί σημαντική μεταβολή στις συγκεντρώσεις των αντιδρώντων. Στη συνέχεια, συγκρίνονται οι αρχικές ταχύτητες, από τις οποίες μπορούν να εξαχθούν η τάξη ως προς κάθε αντιδρών και η συνολική τάξη της αντίδρασης.

Η στοιχειομετρική χημική εξίσωση που περιγράφει την αντίδραση μελέτης είναι η αντίδραση της οξείδωσης ιόντων ιωδίου προς στοιχειακό ιώδιο από υπερθειικά ιόντα:

$$2I^- + S_2O_8^{2-} \rightarrow I_2 + 2SO_4^{2-} \quad (6)$$

Η αντίδραση (6) μπορεί να μελετηθεί αν προσδιορισθεί η ποσότητα του ιωδίου που σχηματίζεται ή αντίστοιχα η ποσότητα των υπερθειικών που καταναλώθηκε σε διάφορα χρονικά διαστήματα, από τη στιγμή ανάμιξης των αρχικών διαλυμάτων.

Όμως, το ιώδιο I_2 που σχηματίζεται αντιδρά με τα εναπομένοντα ιόντα ιωδίου I^- προς τον σχηματισμό του ευδιάλυτου σύμπλοκου ιόντος I_3^-, σύμφωνα με την αντίδραση:

$$I_2 + I^- \rightarrow I_3^- \quad (7)$$

Άρα η αντίδραση (6) θα μπορούσε να γραφεί και με την μορφή:

$$3I^- + S_2O_8^{2-} \rightarrow I_3^- + 2SO_4^{2-} \quad (8)$$

Για την αντίδραση (6) ο πειραματικός νόμος ταχύτητας έχει τη μορφή:

$$u = -\frac{d[S_2O_8^{2-}]}{dt} = -\frac{1}{2}\frac{d[I^-]}{dt} = \frac{d[I_2]}{dt} = k[S_2O_8^{2-}]^m[I^-]^n \quad (9)$$

Για τον προσδιορισμό της ποσότητας $\Delta[S_2O_8^{2-}]$ θα εισαχθεί στο αρχικό σύστημα ποσότητα θειοθειικών ιόντων $S_2O_3^{2-}$ τα οποία αντιδρούν με το παραγόμενο I_2σχεδόν αμέσως σύμφωνα με την παρακάτω αντίδραση:

$$2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^- \quad (10)$$

Επιπρόσθετα, χρησιμοποιείται δείκτης αμύλου, ο οποίος δίνει ένα χαρακτηριστικό ιώδες χρώμα παρουσία I_2.

$$I_2 + \text{άμυλο} \rightarrow \text{σύμπλοκο αμύλου}\cdot I_2 \text{ (ιώδες χρώμα)} \quad (11)$$

Η μικρή αρχική συγκέντρωση $S_2O_3^{2-}$ θα πρέπει να υπάρχει σε κάθε αρχικό μείγμα, ώστε να καταναλώσει αμέσως (γρήγορη, βοηθητική αντίδραση) μία σταθερή ποσότητα I_2. Μετά το πέρας της αντίδρασης (10) όση επιπλέον ποσότητα I_2παραχθεί θα δώσει απότομα ένα έντονο χρωματισμό σύμφωνα

με την αντίδραση (11). Η μεταβολή του χρώματος μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως ένδειξη ότι έχει παρέλθει ένα χρονικό διάστημα Δt κατά το οποίο η συγκέντρωση του $S_2O_8^{2-}$ έχει μεταβληθεί. Η αρχική συγκέντρωση $S_2O_3^{2-}$ είναι γνωστή, επομένως σύμφωνα με την αντίδραση (10) μπορούμε να βρούμε τη συγκέντρωση των I_2 στον αντίστοιχο χρόνο και κατά συνέπεια την μεταβολή $\Delta[S_2O_8^{2-}]$. Πιο συγκεκριμένα, όπως εξάγεται από την αντίδραση (10) τα I_2 αντιδρούν άμεσα με τα θειοθειικά ιόντα (S_2O^{2-}) σε στοιχειομετρική αναλογία 1:2, επομένως,

$$\Delta[S_2O_8^{2-}] = \Delta [I_2]=\Delta[S_2O_3^{2-}]/2 \qquad (12)$$

Για τον προσδιορισμό της τάξης της αντίδρασης ανά αντιδρών, εκτελείται σειρά πειραμάτων διατηρώντας σταθερή τη συγκέντρωση του αντιδρώντος αυτού και μεταβάλλοντας τις αρχικές συγκεντρώσεις του άλλου. Η κλίση των διαγραμμάτων των λογαριθμικών τιμών της ταχύτητας της αντίδρασης προς τις λογαριθμικές τιμές της συγκέντρωσης κάθε ενός από τα αντιδρώντα μας δίνει την τάξη της αντίδρασης ανά αντιδρών.

Στη συνέχεια από την σχέση (9) μπορεί να υπολογιστεί η σταθερά της αντίδρασης k.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι ο πειραματικός προσδιορισμός της τάξης και της σταθεράς της αντίδρασης της οξείδωσης ιόντων ιωδίου από υπερθειικά ιόντα.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Διάλυμα KI 0,20M • Διάλυμα $(NH_4)_2S_2O_8$0,20 M • Διάλυμα $Na_2S_2O_3$0,01 M • Διάλυμα αμύλου 0,2 %w/v • Διάλυμα $Cu(NO_3)_2$ 0,02 M • Διάλυμα $KNO_3$0,20 M • Διάλυμα $(NH_4)_2SO_4$0,20 M	▪ Κωνικές φιάλες ή ποτήρια ζέσεως των 250 mL ▪ Σιφώνια μέτρησης των 25, 10, 5mL ▪ Πουάρ τριών σημείων ▪ Θερμόμετρο ▪ Χρονόμετρο ▪ Ζυγός ακρίβειας δύο δεκαδικών ψηφίων

1. Παρασκευάζεται διάλυμα αμύλου 0,2% w/v. Αρχικά ζυγίζεται η απαιτούμενη ποσότητα στερεού αμύλου και διαλύεται με λίγο κρύο

νερό μέχρι να γίνει πολτός, στη συνέχεια διαλύεται ο πολτός πλήρως στην απαιτούμενη ποσότητα ζεστού νερού και αφήνεται να κρυώσει.

2. Χρησιμοποιώντας τα σιφώνια, παρασκευάζονται ξεχωριστά τα παρακάτω διαλύματα Α και Β σύμφωνα με τον Πίνακα 2. Είναι πολύ σημαντικό να μετρηθούν οι όγκοι με μεγάλη ακρίβεια και τα σκεύη να είναι καθαρά και στεγνά. Κάθε διάλυμα θα πρέπει να παραλαμβάνεται με ξεχωριστό σιφώνιο.
3. Αναμιγνύονται τα αντίστοιχα διαλύματα Α και Β πλήρως, και καταγράφεται η θερμοκρασία των διαλυμάτων και ο χρόνος από τη στιγμή της ανάμιξης μέχρις ότου εμφανιστεί το ιώδες χρώμα του ιωδίου-αμύλου (Δt).
4. Για τον έλεγχο της επίδρασης της ιοντικής ισχύος του διαλύματος, επαναλαμβάνεται το πείραμα 1 χωρίς την προσθήκη των 20mL διαλύματος KNO_3 και με μεγαλύτερη ποσότητα απιονισμένου νερού στο διάλυμα Α και χωρίς τα 20 mL διαλύματος$(NH_4)_2SO_4$ στο διάλυμα Β (πείραμα 6).
5. Για την παρατήρηση του φαινομένου της καταλυτικής επίδρασης στην ταχύτητα της αντίδρασης επαναλαμβάνεται το πείραμα 6 με την προσθήκη 5 σταγόνων διαλύματος $Cu(NO_3)_2$ 0,02 Μ (πείραμα 7).

Πίνακας 2: Πίνακας παρασκευής διαλυμάτων

	Διάλυμα Α(mL)					Διάλυμα Β(mL)	
πείραμα	**KI**	**KNO_3**	**$Na_2S_2O_3$**	**Άμυλο**	**H_2O**	**$(NH_4)_2S_2O_8$**	**$(NH_4)_2SO_4$**
1	10	20	10	5	25	10	20
2	10	20	10	5	25	20	10
3	10	20	10	5	25	30	-
4	20	10	10	5	25	30	-
5	30	-	10	5	25	30	-
	Διάλυμα Α					Διάλυμα Β	
πείραμα	**KI**		**$Na_2S_2O_3$**	**Άμυλο**	**H_2O**	**$(NH_4)_2S_2O_8$**	
6	10		10	5	65	10	
7/ $Cu(NO_3)_2$	10		10	5	65	10	

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Στον Πίνακα 3 καταγράφονται οι χρόνοι (Δt) για κάθε ένα από τα πειράματα
2. Στον Πίνακα 3 να υπολογιστούν οι αρχικές συγκεντρώσεις σε moles/L των $[(NH_4)_2S_2O_8]$, [KI] και $[Na_2S_2O_3]$, μετά την ανάμιξη, για καθένα από τα πειράματα.
3. Στον Πίνακα 3 να υπολογιστεί η αρχική ταχύτητα ($υ_{αρχική}$) από την εξίσωση (9)
4. Να προσδιοριστεί πειραματικά η τάξη της αντίδρασης ως προς τα δύο αντιδρώντα, δηλαδή οι συντελεστές m, n της εξίσωσης (9). Για τον προσδιορισμό του m χρησιμοποιούνται τα πειραματικά δεδομένα 1-3 όπου η συγκέντρωση (I^-) είναι σταθερή. Δεδομένου ότι, και η θερμοκρασία και η σταθερά ταχύτητας *k* είναι σταθερή, τότε η εξίσωση (4) μπορεί να γραφεί και ως:

$$log(υ) = log(k) + m log[S_2O_8^{2-}] + n log[I^-] \text{ άρα}$$

$$log(υ) = m log[S_2O_8^{2-}] + C \quad \text{όπου } C = log(k) + n log[I^-] \text{ ή } y = m\,x + b$$

   Η κλίση της γραφικής παράστασης του *log(υ)* ως προς τον $log[S_2O_8^{2-}]$ αντιστοιχεί στην τάξη m της αντίδρασης ως προς το $S_2O_8^{2-}$. Αντίστοιχα, από τα πειραματικά δεδομένα 3-5 μπορεί να προσδιοριστεί το n. Τα αποτελέσματα στρογγυλοποιούνται στο κοντινότερο ακέραιο αριθμό.

5. Υπολογίζεται η σταθερά *k* της αντίδρασης από την εξίσωση (9).

Πίνακας 3: Πειραματικά αποτελέσματα

πείραμα	**Δt (s)**	**$(NH_4)_2S_2O_8$ (mol/L)**	**KI (mol/L)**	**$Na_2S_2O_3$ (mol/L)**	**$Δ[S_2O_8^{2-}]$ (mol/L)**	**$Y_{αρχική}$ (mol·s/L)**
1						
2						
3						
4						
5						

Ερωτήσεις

1. Πώς θα μπορούσε να παρατηρηθεί πειραματικά η επίδραση της θερμοκρασίας στο ρυθμό της αντίδρασης; Να δοθεί προτεινόμενη πειραματική διαδικασία.
2. Σχολιάστε την επίδραση της ιοντικής ισχύος του διαλύματος σύμφωνα με τα πειραματικά δεδομένα.
3. Να αιτιολογηθεί αν η αύξηση της ποσότητας του αμύλου θα επηρέαζε το ρυθμό της αντίδρασης.

Βιβλιογραφία

1. Ebbing D., Gammon S., General Chemistry, Cengage Learning, 11th edition, Boston (2016)
2. Beran, A. J., Laboratory manual for principles of general chemistry, Wiley,9th edition, USA (2010)
3. Chang R., Chemistry, , McGraw Hill, 5th edition, New York (1994)
4. Πνευματικάκης Γ., Μητσοπούλου Χ., Μεθενίτης Κ., Βασικές Αρχές Ανόργανης Χημείας, εκδόσεις Αθ. Σταμούλης, 1η έκδοση, Αθήνα (2006)
5. Κλούρας Ν., Βασική Ανόργανη Χημεία, Εκδόσεις Π. Τραυλός, 5η έκδοση(2001)
6. Λοΐζος Ζ., Γενική Χημεία – Τεύχος 2ο Ειδικά Θέματα, Εκδόσεις ΕΜΠ, 5η έκδοση, Ζωγράφου (2013)

Παρασκευή Ένυδρου Χλωριούχου Βαρίου-Προσδιορισμός Κρυσταλλικών Νερών

Βασική Θεωρία

Η συγκράτηση ή η κατακράτηση νερού από τα διάφορα υλικά, ουσίες και ενώσεις είναι ένα θέμα με μεγάλο θεωρητικό αλλά κυρίως τεχνολογικό ενδιαφέρον. Αυτό οφείλεται στο ότι η ύπαρξη ή όχι νερού υπό διάφορες μορφές έχει ουσιαστική επίπτωση στη συμπεριφορά των υλικών, ουσιών και ενώσεων, αλλά ακόμη μπορεί να επηρεάσει και τις φυσικές και χημικές ιδιότητες τους. Το νερό μπορεί να συγκρατηθεί από ένα στερεό με διάφορους τρόπους. Οι κυριότερες μορφές νερού σε στερεές ουσίες είναι:

- Υγροσκοπικό νερό (ή υγρασία): Είναι το νερό που προσροφάται από το υλικό και συγκρατείται στην επιφάνεια και στους πόρους του, χωρίς να αποτελεί μέρος της χημικής σύστασης της ένωσης. Οι ουσίες που εμφανίζουν μεγάλη τάση να προσροφήσουν νερό από το περιβάλλον χαρακτηρίζονται ως υγροσκοπικές. Χαρακτηριστικό παράδειγμα υγροσκοπικού υλικού είναι η silica gel (πυριτόγελη), η οποία προσροφά εύκολα υγρασία από την ατμόσφαιρα λόγω του πορώδους της. Το υγροσκοπικό νερό μπορεί να απομακρυνθεί από το υλικό με θέρμανση σε κατάλληλη θερμοκρασία ανάλογα με τη φύση του υλικού. Συνήθης πρακτική για την ξήρανση είναι η θέρμανση του υλικού στους 105 ^{o}C-110 ^{o}C σε πυριατήριο (ξήρανση).
- Κρυσταλλικό νερό: Χαρακτηρίζεται το νερό τα μόρια του οποίου είναι ενσωματωμένα στο κρυσταλλικό πλέγμα μίας ιοντικής ένωσης. Τα άλατα που περιέχουν κρυσταλλικό νερό ονομάζονται ένυδρα άλατα (hydrates). Τα μόρια του κρυσταλλικού νερού συμμετέχουν πάντοτε με καθορισμένη αναλογία στο πλέγμα μιας ιοντικής ένωσης. Παραδείγματα ένυδρων αλάτων είναι ο $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ και το $CaSO_4 \cdot 2H_2O$. Η απομάκρυνση των κρυσταλλικών νερών μπορεί να γίνεται και σταδιακά σε θερμοκρασίες χαρακτηριστικές για την κάθε ένωση.
- Χημικώς ενωμένο νερό: Ως χημικώς ενωμένο νερό χαρακτηρίζονται τα άτομα οξυγόνου και υδρογόνου, τα οποία συμμετέχουν στη δομή των μορίων ορισμένων οξέων και βάσεων μετάλλων π.χ. H_2SiO_3, $Ca(OH)_2$, $Fe(OH)_3$. Το χημικώς ενωμένο νερό μπορεί να απομακρυνθεί με θέρμανση σε συγκεκριμένη θερμοκρασία για κάθε ένωση.

Το χλωριούχο βάριο μπορεί να παρασκευαστεί από την αντίδραση του $BaCO_3$ με το HCl:

$$BaCO_3+2HCl\rightarrow BaCl_2+CO_2+H_2O$$

Το άνυδρο BaCl2 μπορεί να προσλάβει νερό και να σχηματίσει ένυδρα άλατα, στα οποία τα μόρια του νερού συμμετέχουν στο κρυσταλλικό πλέγμα (BaCl2 xH2O).

Η απομάκρυνση των κρυσταλλικών νερών μπορεί να πραγματοποιηθεί με θέρμανση του ένυδρου άλατος στους 150^oC:

$$BaCl_2\ xH_2O\rightarrow BaCl_2+xH_2O$$

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παρασκευή ένυδρου άλατος χλωριούχου βαρίου και ο πειραματικός προσδιορισμός των κρυσταλλικών νερών του.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• $BaCO_3$ • π.HCl 37% w/w	▪ Σπαθίδα ▪ Κάψα πορσελάνης ή ποτήρι ζέσεως ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Μεταλλικός τρίποδας ▪ Πυρίμαχο πλέγμα ▪ Χωνί διήθησης ή συσκευή διήθησης υπό κενό ▪ Διηθητικό χαρτί ή υάλινος ηθμός ▪ Κωνική φιάλη ▪ Μεταλλικά στηρίγματα ▪ Ύαλος ωρολογίου ▪ Ξηραντήρας ▪ Πυριατήριο

Παρασκευή $BaCl_2xH_2O$

1. Σε 5g $BaCO_3$ που βρίσκονται σε κάψα πορσελάνης ή ποτήρι ζέσεως, προστίθενται 5mL απιονισμένου νερού με ανάδευση μέχρι να σχηματιστεί ένας πολτός. Στη συνέχεια προστίθενται, εντός απαγωγού, 10mL πυκνού διαλύματος HCl 37% w/w με ανάδευση. Η ανάδευση σταματά όταν σταματήσει ο αφρισμός. Ακολούθως, προστίθεται η ελάχιστη ποσότητα H_2O ώστε να διαλυθεί το $BaCl_2$ που σχηματίστηκε. Αν το διάλυμα δεν είναι διαυγές να πραγματοποιηθεί διήθηση ή ήπια θέρμανση. Η όλη διαδικασία πραγματοποιείται εντός απαγωγού.
2. Με χρήση λύχνου Bunsen γίνεται συμπύκνωση του διαλύματος (εξάτμιση του νερού) μέχρι να σχηματιστούν οι κρύσταλλοι $BaCl_2xH_2O$. Υποχρεωτική η χρήση γυαλιών προστασίας και ο καλός αερισμός του χώρου ή διεξαγωγή της θέρμανσης εντός απαγωγού. Προσοχή, η θέρμανση να είναι ήπια ώστε να αποφευχθεί ο βρασμός και η εκτίναξη του διαλύματος. Η θέρμανση σταματά όταν σχηματιστούν οι πρώτοι κρύσταλλοι. Παρατεταμένη θέρμανση μπορεί να οδηγήσει σε έντονο βρασμό και εκτίναξη υλικού από το ποτήρι ζέσεως. Επίσης, κατά την θέρμανση εκλύονται ατμοί της περίσσειας του HCl, που είναι ερεθιστικοί.
3. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και να ολοκληρωθεί ο σχηματισμός των κρυστάλλων.
4. Ακολουθεί διήθηση υπό κένο με υάλινο ηθμό, ξήρανση στους 60^oC για 24 h σε πυριατήριο.
5. Ψύξη του ξηρού ιζήματος εντός ξηραντήρα, ζύγιση και επανάληψη της διαδικασίας ξήρανσης μέχρι σταθερής μάζας.

Υπολογισμός κρυσταλλικών νερών

1. Σε προζυγισμένη κάψα πορσελάνης τοποθετούνται 5g ξηρού $BaCl_2xH_2O$ και θερμαίνονται εντός πυριατηρίου στους 150 ^oC για 1 h.
2. Η ύαλος ωρολογίου απομακρύνεται από το πυριατήριο και τοποθετείται στον ξηραντήρα για ψύξη. Προσοχή, η απομάκρυνση της ύαλου ωρολογίου από το πυριατήριο να γίνει με χρήση κατάλληλων θερμοπροστατευτικών μέσων για να αποφευχθούν εγκαύματα.
3. Στη συνέχεια ζυγίζεται και καταγράφεται η μάζα του δείγματος. Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται μέχρι σταθερής μάζας.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Από τη διαφορά μάζας πριν και μετά την θέρμανση στο πυριατήριο υπολογίζονται τα κρυσταλλικά νερά της ένωσης $BaCl_2\ xH_2O$.

Ερωτήσεις

1. Δίνεται ξηρό διμερές μίγμα αποτελούμενο από $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ και $CaSO_4\ 2H_2O$. Ο $CuSO_4\ 5H_2O$ χάνει τέσσερα νερά στους 110 ^oC και το πέμπτο νερό στους 150 ^oC. Το $CaSO_4\ 2H_2O$ χάνει ενάμιση κρυσταλλικό νερό στους 128 ^oC και το υπόλοιπο μισό νερό στους 163 ^oC. Να περιγραφεί η πειραματική διαδικασία για τον προσδιορισμό της σύστασης του μίγματος.
2. Το ανθρακικό νάτριο σχηματίζει ένυδρο άλας της μορφής $Na_2CO_3 \cdot xH_20$. Αν 10,00 g του ένυδρου άλατος, μετά από θέρμανση, χάνουν 6,29 g κρυσταλλικού νερού, να υπολογιστεί ο αριθμός των κρυσταλλικών νερών;
3. Ο ένυδρος θειικός ψευδάργυρος βρέθηκε ότι περιέχει 43,9 % κρυσταλλικό νερό. Να υπολογισθεί ο αριθμός μορίων νερού, τα οποία είναι ενωμένα με ένα μόριο άνυδρου άλατος $ZnSO_4$.
4. Γιατί τα διαφορετικά μόρια νερού ενός ένυδρου άλατος μπορεί να απομακρύνονται σε διαφορετικές θερμοκρασίες;

Βιβλιογραφία

1. Παρισάκης Γ.Κ., Ανόργανη Πειραματική Χημεία, Εκδόσεις. Παπασωτηρίου, Αθήνα, 1995
2. Donald A. McQuarrie, Peter A. Rock, General Chemistry, Second Edition, Freeman, 1987
3. Ανδρικόπουλος Ν.Κ., Τροφογνωσία Περιγραφική Χημεία και Τεχνολογία Τροφίμων, Ελληνικά Ακαδημαϊκά Ηλεκτρονικά Συγγράμματα και Βοηθήματα, 2015

Παρασκευή Ιωδίου (I_2)

Βασική Θεωρία

Το ιώδιο είναι κρυσταλλικό και εύθραυστο στερεό με χαρακτηριστική μεταλλική λάμψη. Όταν εξατμίζεται παράγει ιώδεις ατμούς. Έχει σημείο τήξεως 113,5 ^oC (σε 760 mmHg) και σημείο ζέσεως 184 ^oC (σε 760 mmHg). Το ιώδιο απαντάται συνήθως με τη μορφή μορίου I_2, αλλά σε θερμοκρασίες μεγαλύτερες των 700 ^oC, τα μόριά του αρχίζουν να διασπώνται σε άτομα με αποτέλεσμα την ελάττωση της πυκνότητας των ατμών του. Χαρακτηριστικό του είναι ότι εξαχνώνεται εύκολα και μεταβαίνει από την στερεή στην αέρια κατάσταση, χωρίς να μεσολαβήσει η υγρή. Το ιώδιο είναι δυσδιάλυτο στο νερό (1g/3450 mL H_2O στους 20 °C, 1g/1280 mL H_2O στους 50 °C), σχηματίζοντας διάλυμα ασθενούς κίτρινου χρώματος. Παρουσία όμως πυκνών διαλυμάτων HI ή ιωδιούχων αλάτων (π.χ. KI), διαλύεται στο νερό, με σχηματισμό I_3^-, δίνοντας διαλύματα καστανοκίτρινου χρώματος, σύμφωνα με την αντίδραση:

$$I_2 + I^- \leftrightarrow I_3^- \qquad (1)$$

Τα διαλύματα του ιωδίου σε πολικούς διαλύτες (αιθέρας, αλκοόλες κ.λ.π.) είναι καστανού χρώματος, ενώ σε μη πολικούς (τετραχλωράνθρακας, υδρογονάνθρακες) είναι ιώδη όπως οι ατμοί του. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι σε μη πολικούς διαλύτες, το I_2 βρίσκεται υπό τη μορφή μη πολικών διατομικών μορίων, ενώ σε πολικούς διαλύτες με χαρακτήρα «δότη ηλεκτρονίων» (πχ. με O, S ή βασικές ενώσεις αζώτου), το μόριο του I_2 πολώνεται και προκύπτει «χαλαρό» σύμπλοκο ιωδίου – διαλύτη.

Η παραλαβή του ιωδίου από υδατικά διαλύματα μπορεί να πραγματοποιηθεί με απόσταξη. Οι ιώδεις ατμοί του ιωδίου συμπαρασύρονται από τους υδρατμούς, ψύχονται και αποτίθενται ως στερεό στον ψυκτήρα. Περαιτέρω καθαρισμός του παραγόμενου I_2 δύναται να γίνει με την τεχνική της εξάχνωσης, η οποία χρησιμοποιείται για την παραλαβή καθαρών πτητικών ενώσεων.

Το ιώδιο παράγεται σύμφωνα με την ακόλουθη αντίδραση:

$$2KI + CuSO_4 \cdot 5H_2O \rightarrow CuI\downarrow + K_2SO_4 + ½\ I_2 + 5H_2O \qquad (2)$$

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παρασκευή ιωδίου (I_2) και η παραλαβή του με απόσταξη.

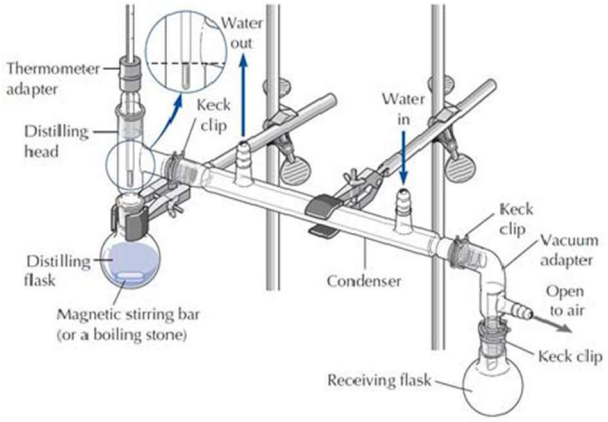
Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
▪ Στερεό KI ▪ Στερεό $CuSO_4$ $5H_2O$ ▪ Αιθανόλη	▪ Σφαιρική φιάλη* ▪ Ψυκτήρας* ▪ Θερμόμετρο με εσμύρισμα* ▪ Υάλινος σύνδεσμος T* ▪ Υάλινο στέλεχος συλλογής* ▪ Πλαστικά εξαρτήματα σύνδεσης (Keck clips)* ▪ Λαστιχένιοι σωλήνες ▪ Μεταλλικά στηρίγματα ▪ Μεταλλικός τρίποδας ▪ Πυρίμαχο πλέγμα ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Ποτήρια ζέσεως ▪ Χωνί ταχείας διηθήσεως ▪ Διηθητικό χαρτί ▪ Κωνική φιάλη ▪ Σπαθίδα

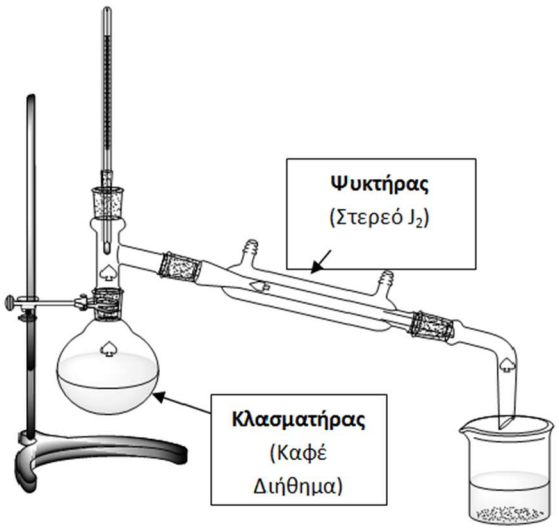
*Η διάταξη δίνεται όλη μαζί σε κουτί και επιστρέφεται όπως παραλαμβάνεται.

1. Αρχικά υπολογίζονται οι ποσότητες των στερεών αντιδραστηρίων KI και $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, που απαιτούνται για την παρασκευή 1g I_2, σύμφωνα με την αντίδραση (2). Το KI, που θα χρησιμοποιηθεί κατά τη διαδικασία παρασκευής πρέπει να βρίσκεται σε 20% περίσσεια.
2. Ζυγίζονται οι υπολογισμένες ποσότητες των στερεών και τοποθετούνται σε ποτήρια ζέσεως όπου διαλύονται πλήρως με την ελάχιστη ποσότητα νερού.
3. Τα δύο διαλύματα αναμιγνύονται προς δημιουργία ιζήματος CuI. Ακολουθεί διήθηση. Το διήθημα (καφέ χρώμα) φυλάσσεται και το ίζημα απορρίπτεται.
4. Συναρμολογείται η διάταξη απόσταξης όπως φαίνεται στο Σχήμα 1.
5. Το διήθημα τοποθετείται στη σφαιρική φιάλη της συσκευής απόσταξης (Σχήμα 2). Προστίθενται πυρήνες βρασμού και ακολουθεί απόσταξη υπό

ήπια θέρμανση. Κατά την διαδικασία της απόσταξης οι ατμοί του I_2 ψύχονται και αποτίθενται ως στερεό στα ψυχρότερα τοιχώματα του ψυκτήρα.



Σχήμα 1: Συναρμολόγηση διάταξης απόσταξης



Σχήμα 2: Διάταξη απόσταξης για την παραλαβή στερεού ιωδίου.

6. Η διαδικασία ολοκληρώνεται όταν απομακρυνθεί από το διάλυμα όλο το ιώδιο. Αυτό γίνεται αντιληπτό όταν δεν παρατηρούνται πλέον μωβ ατμοί εντός της σφαιρικής φιάλης. Η διαδικασία της απόσταξης επαναλαμβάνεται (αν χρειαστεί) με το διάλυμα που συλλέχθηκε στο ποτήρι ζέσεως, ώστε να παραληφθεί τυχόν εναπομείνουσα ποσότητα ιωδίου.

7. Με προσοχή και με τη βοήθεια υάλινης ράβδου το στερεό I_2 ωθείται προς την έξοδο του ψυκτήρα και παραλαμβάνεται σε ύαλο ωρολογίου. Επειδή εξαχνώνεται εύκολα, να τοποθετείται εντός φιαλιδίου και να πωματίζεται.
8. Εντός δύο δοκιμαστικών σωλήνων τοποθετούνται 3 mL απιονισμένου νερού και αιθανόλης αντίστοιχα. Με μία λαβίδα παίρνουμε μικρή ποσότητα από το παραγόμενο ιώδιο (προσοχή δεν πρέπει να το πιάσουμε με γυμνά χέρια) και την προσθέτουμε σε καθένα από τους δοκιμαστικούς σωλήνες. Αναδεύουμε έντονα.

Ερωτήσεις

1. Μέχρι πότε πρέπει να διαρκέσει η διαδικασία της απόσταξης στο πείραμα;
2. Τελικά ποια ένωση αποστάζει, το νερό ή το ιώδιο; Πώς διαπιστώνεται αυτό;
3. Για ποιο λόγο κατά τη διαδικασία παρασκευής του ιωδίου χρησιμοποιείται το αντιδραστήριο KI σε περίσσεια;
4. Στην περίπτωση που η προς εξάχνωση ένωση οξειδώνεται εύκολα, τι μέτρα θα έπρεπε να ληφθούν ώστε να μην αλλοιωθεί η ουσία κατά την εξάχνωση;
5. Τι παρατηρούμε κατά τη προσθήκη του ιωδίου στο νερό και την αιθανόλη; Εξηγήστε. Που οφείλεται το χρώμα των διαλυμάτων;

Βιβλιογραφία

1. Παρισάκης Γ., Ανόργανη Πειραματική Χημεία, εκδόσεις Παπασωτηρίου, 1η έκδοση, Αθήνα (1995).
2. Κλούρα Ν.Δ., Βασική Ανόργανη Χημεία, 5η έκδοση, Π. Τραυλός, Πάτρα, (2001).
3. Χατζηιωάννου Θ.Π., Ποιοτική Ανάλυση και Χημική Ισορροπία, Αθήνα (1972).
4. Durant P.J., Durrant B., Introduction to Advanced Inorganic Chemistry, Longmans (1962).
5. Perry R., Green D., Perry's Chemical Engineers' Handbook, 6th edition, McGraw-Hill, New York, (1984).
6. Μαρκόπουλος Ι., Μητσοπούλου Χ. κ.α., Εργαστηριακές Ασκήσεις Γενικής

και Ανόργανης Χημείας, Εκδόσεις Σταμούλη, 1η έκδοση, Αθήνα (2005).

7. Bruce K.R., Inorganic Chemistry of Main Group Elements, Wiley-VCH, (1995).
8. Cotton F.A., Wilkinson G., Gaus P.L., BasicInorganic Chemistry, 3rd edition, John Wiley and Sons, Inc, Canada (1995).
9. Kaiho T., Iodine chemistry and applications, Wiley (2015).

Παρασκευή Μεταλλικού Χαλκού με Αναγωγή

Βασική θεωρία

Ο Χαλκός (Cu) ήταν το πρώτο μέταλλο που χρησιμοποιήθηκε από τον άνθρωπο, σε καθαρή μορφή ή υπό τη μορφή κράματος. Είναι μέταλλο με πολλές εφαρμογές εξαιτίας της υψηλής ηλεκτρικής αγωγιμότητας, της εύκολης μορφοποίησης, του ωραίου χρώματος, και της αντοχής σε διάβρωση.

Πίνακας 1: Ιδιότητες καθαρού χαλκού.

ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ	ΤΙΜΕΣ
Ειδικό βάρος	8,93 g/cm^3
Σημείο τήξης	1083 ^oC
Θερμική αγωγιμότητα στους 20 ^oC	0,935 $cal/cm \cdot s \cdot ^oC$
Συντελεστής γραμμικής διαστολής	16,8 x 10^{-6} $m/m \cdot ^oC$ (0 - 100 ^oC) 17,6 x 10^{-6} $m/m \cdot ^oC$ (0 - 300 ^oC) 20,3 x 10^{-6} $m/m \cdot ^oC$ (0 - 100^oC)
Ειδική θερμότητα στους 20 ^oC	0,0921 $kcal/kg \cdot ^oC$
Ηλεκτρική αγωγιμότητα στους 20 ^oC	59,62 $m /Ohm \cdot mm^2$
Ειδική ηλεκτρική αντίσταση στους 20 ^oC	0,0172 $Ohm \cdot mm^2/m$

Στον περιοδικό πίνακα ο χαλκός βρίσκεται στην IB ομάδα, έχει ατομικό αριθμό 29 και ατομικό βάρος 63,5 g/mol. Η ηλεκτρονική του δομή είναι $1s^2$ $2s^2$ $2p^6$ $3s^2$ $3p^6$ $3d^{10}$ $4s^1$. Όπως φαίνεται και από την παραπάνω δομή, ο χαλκός θα έπρεπε να έχει ως μοναδικό αριθμό οξείδωσης +1 αποβάλλοντας το μονήρες 4s ηλεκτρόνιό του. Όμως έχει και το +2 ως αριθμό οξείδωσης, αποβάλλοντας και ένα 3d ηλεκτρόνιο. Σε υδατικά διαλύματα η σταθερότερη κατάσταση οξείδωσης είναι εκείνη του δισθενούς χαλκού. Γενικά, ο χαλκός κατατάσσεται στην κατηγορία των ασθενών ηλεκτροθετικών μετάλλων. Μόνο ισχυρά οξειδωτικά ή ισχυρώς ηλεκτραρνητικά στοιχεία μπορούν να επιδράσουν πάνω του.

Τα κυριότερα ορυκτά του χαλκού είναι ο Κυπρίτης Cu_2O, ο Μαλαχίτης $CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$, ο Αζουρίτης $2CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$, ο Χαλκοκυπρίτης $Cu_2S \cdot Fe_2S_3$ και ο Χαλκοσίνης Cu_2S.

Ο χαλκός συναντάται επίσης στο ζωικό και το φυτικό βασίλειο, όπου διαδραματίζει σπουδαίο βιολογικό ρόλο. Αποτελεί συστατικό της αιμοκυανίνης του αίματος των μαλακίων, της κόκκινης χρωστικής ουσίας των ερυθρών φτερών ορισμένων πουλιών καθώς και ορισμένων φυτών.

Μεγάλη σημασία έχουν και τα κράματα του χαλκού, ειδικά όσον αφορά τις μηχανικές κατασκευές. Ως προσμίξεις χρησιμοποιούνται κυρίως ο Ψευδάργυρος (Zn) και το Αλουμίνιο (Al), αλλά πολλές φορές και ο Μόλυβδος (Pb), ο Σίδηρος (Fe), το Νικέλιο (Ni), το Μαγγάνιο (Mn), ο Φωσφόρος (P), το Πυρίτιο (Si) κ.α.

Ως προς τις προσμίξεις αυτές τα κράματα του χαλκού μπορούν να διακριθούν στις παρακάτω κατηγορίες:

Πίνακας 2: Κατηγορίες κραμάτων χαλκού.

ΚΡΑΜΑ	***%Cu***	***% Zn***	***%Sn***	***%Ni***	***%Fe***	***%Al***	***%Ag***	***%Au***
Μπρούντζος	80 - 90	0 - 10	5 - 20					
Μπρούντζος αργιλ.	88 - 97			0 - 5	1 - 4	2 - 10		
Ορείχαλκος	70 - 80	20 - 30						
Κράμα πυροβόλων	90		10					
Κράμα κωδώνων	78		22					
Μέταλλο Delta	55	41			4			
Μέταλλο Muntz	60	40						
Μέταλλο Monel	27			68	2 - 3			
Γερμανικός άργυρος	35-60	25 - 35	0-6	10 - 25	0 - 3			
Νομίσματα αργύρου	10 - 40	0-5		0-5			50 - 90	
Νομίσματα χρυσού	10							90
Χρυσός 18 καρατίων	5 -15						10 - 20	75

Η κύρια εμπορική χρήση του μεταλλικού χαλκού είναι ως ηλεκτρικός αγωγός. Ο χαλκός απαντάται στη φύση ως αυτοφυής χαλκός (ελεύθερο μέταλλο) και υπό μορφή οξειδίων και σουλφιδίων του χαλκού. Ο περισσότερος χαλκός λαμβάνεται σήμερα με υπαίθρια εξόρυξη πτωχού μεταλλεύματος που περιέχει μικρά ποσοστά χαλκού υπό μορφή σουλφιδίων του χαλκού. Το μετάλλευμα εμπλουτίζεται με χαλκό με επίπλευση. Το εμπλουτισμένο μετάλλευμα υποβάλλεται σε κατεργασία αρκετών σταδίων, η οποία καταλήγει στην παραγωγή τήγματος σουλφιδίου του χαλκού(Ι), Cu_2S. Το τηγμένο αυτό υλικό, που λέγεται χαλκόλιθος, ανάγεται προς χαλκό διοχετεύοντας ρεύμα αέρα μέσα από το τήγμα.

$$Cu_2S_{(l)} + O_{2(g)} \rightarrow 2Cu_{(l)} + SO_{2(g)}$$

Το παραγόμενο μέταλλο ονομάζεται πρωτογενής χαλκός και η καθαρότητά του αγγίζει το 99%. Για ηλεκτρική χρήση, ο χαλκός πρέπει να καθαριστεί περαιτέρω με ηλεκτρόλυση.

Χημικά στο εργαστήριο παράγεται από την αναγωγή του οξειδίου. Βασικές παράμετροι της διεργασίας είναι η θερμοκρασία, ο χρόνος, η κοκκομετρία της πρώτης ύλης και φυσικά το αναγωγικό μέσο.

Ως αναγωγικό μέσο είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθεί λιγνίτης, H_2, φωταέριο (μίγμα υδρογόνου, μεθανίου, CO_2, αζώτου και άλλων υδρογονανθράκων), καθώς επίσης και φυσικό αέριο.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παραλαβή μεταλλικού χαλκού με αναγωγή του οξειδίου του και αναγωγικό μέσο το φυσικό αέριο.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
Στερεά • $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ • CuO • NaOH **Αέριο** • Φυσικό αέριο	▪ Διάταξη διήθησης ή διάταξη διήθησης υπό κενό με χωνί Büchner ▪ Γυάλινος σωλήνας μήκους 20 cm και διαμέτρου 1-2 cm, από γυαλί τύπου "Pyrex" ή άλλο σχετικά δύστηκτο γυαλί ▪ Διάτρητα πώματα σε μέγεθος κατάλληλο για τα στόμια του γυάλινου σωλήνα

	▪ Γυάλινος σωλήνας τύπου U ▪ Λύχνος Bunsen ▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ▪ Ύαλοι ωρολογίου ▪ Ποτήρια ζέσεως 250 mL ▪ Γυάλινη ράβδος ▪ Σπαθίδα ▪ Πυριατήριο

1. Ζυγίζονται 0,74 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ και μεταφέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 250 mL, όπου γίνεται πλήρης διάλυση του στερεού.
2. Παρασκευάζεται διάλυμα NaOH 2M και υπολογίζεται η απαιτούμενη ποσότητα για την πλήρη μετατροπή των 0,74 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ σε $Cu(OH)_2$. Η ποσότητα του NaOH που θα προστεθεί στο διάλυμα του χαλκού θα πρέπει να είναι σε περίσσεια (τουλάχιστον 5 %).
3. Το διάλυμα διηθείται, εκπλένεται με νερό και παραλαμβάνεται το ίζημα.
4. Το ίζημα μεταφέρεται προσεκτικά σε ύαλο ωρολογίου και θερμαίνεται στο πυριατήριο (150 ^oC), μέχρι σταθερής μάζας.
5. Σε Pyrex γυάλινο σωλήνα τοποθετούνται περίπου 0,5 g ξηρού λειοτριβημένου CuO, απλωμένα όσο το δυνατόν περισσότερο και απομακρυσμένα από τα άκρα του σωλήνα (Σχήμα 1).

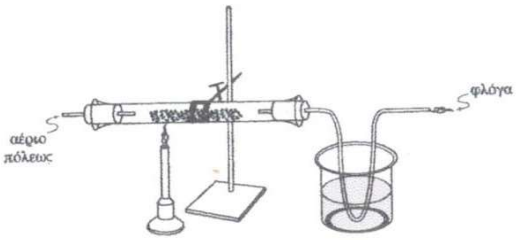


Σχήμα 1: Τοποθέτηση CuO στο σωλήνα

6. Ο σωλήνας Pyrex πωματίζεται και στα δύο άκρα και το ένα άκρο συνδέεται με την παροχή του φυσικού αερίου (Σχήμα 2). Τοποθετείται TEFLON σε όλες τις ενώσεις για την αποφυγή διαρροών αερίου.
7. Με τη ροή του αερίου απομακρύνεται στην αρχή ο ατμοσφαιρικός αέρας που βρίσκεται εντός του σωλήνα και στη συνέχεια η περίσσεια του αναγωγικού μέσου καίγεται στην έξοδο με φλόγα.
8. Με τη χρήση λύχνου Bunsen, ο οποίος πρέπει να μετακινείται κατά μήκος του σωλήνα καθ' όλη τη διάρκεια της αναγωγής, θερμαίνεται η περιοχή του σωλήνα στην οποία είναι απλωμένο το CuO.
9. Η πειραματική διαδικασία ολοκληρώνεται όταν το μαύρο CuO έχει μετατραπεί σε ερυθρό μεταλλικό Cu.
10. Η συσκευή αφήνεται να κρυώσει επαρκώς και αποσυνδέεται ο σωλήνας pyrex. Το στερεό μεταφέρεται με προσοχή σε ύαλο και ζυγίζεται.

Καθ’ όλη τη διάρκεια της πειραματικής διαδικασίας πρέπει να τηρούνται αυστηρά τα προβλεπόμενα μέτρα ασφάλειας, όπως αναφέρονται στο Παράρτημα Γ.





Σχήμα 2: Πειραματική διάταξη.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να δοθούν οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται στα στάδια 2, 4 και 8.
2. Να γίνει το διάγραμμα ροής της πειραματικής διαδικασίας.
3. Να υπολογισθεί η απόδοση της παρασκευής CuO, η απόδοση της

αναγωγής και η συνολική απόδοση της διεργασίας.

Ερωτήσεις

1. Ποιοι παράγοντες επηρεάζουν την ταχύτητα της αναγωγής του CuO;
2. Γιατί λειοτριβείται το CuO πριν τοποθετηθεί στην πειραματική διάταξη;
3. Να υπολογισθεί η καθαρότητα του παραχθέντος Cu.

Βιβλιογραφία

1. Μουτσάτσου Α., Κορδάτος Κ., Οδηγός Εργαστηριακών Ασκήσεων Ανόργανης Χημείας, ΕΜΠ, Αθήνα (2011).
2. Ebbing D.D. Gammon and S.D. General Chemistry, 9th edition, Houghton Mifflin Company, USA (2009).

Παρασκευή $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (Στυπτηρία, ALUM)

Βασική θεωρία

Οι στυπτηρίες (alums) αποτελούν μία σημαντική κατηγορία αλάτων αργιλίου. Στις στυπτηρίες αντιστοιχεί ο γενικός τύπος $M^{I}M^{III}(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. Είναι ιοντικά συστατικά τα οποία κρυσταλλώνονται από διαλύματα που περιέχουν θειικά ανιόντα, SO_4^{2-}, ένα τρισθενές κατιόν, όπως είναι τα Al^{3+}, Cr^{3+} ή Fe^{3+}, και ένα μονοσθενές κατιόν, όπως είναι τα K^+, Na^+ ή NH_4^+. Οι περισσότερες στυπτηρίες κρυσταλλώνονται ως οκταεδρικοί ή κυβικοί κρύσταλλοι, οι οποίοι κάτω από τις κατάλληλες συνθήκες μπορεί να έχουν σημαντικό μέγεθος. Έξι από τα δώδεκα μόρια νερού είναι ισχυρά συνδεδεμένα με το τρισθενές κατιόν. Τα υπόλοιπα έξι είναι ασθενέστερα δεσμευμένα στο θειικό ανιόν και στο μονοσθενές κατιόν.

Η στυπτηρία χρησιμοποιείται ευρέως στη βαφή υφασμάτων, στην παραγωγή άλμης, στη βιομηχανία χαρτιού, σε εγκαταστάσεις καθαρισμού του πόσιμου νερού κ.ά. Το όνομά της οφείλεται στη στυπτική της ιδιότητα, λόγω της οποίας προκαλεί συρρίκνωση των ιστών και σταματά τις μικρές αιμορραγίες.

Το υδροξείδιο του αργιλίου είναι επαμφοτερίζον. Όταν αντιδρά με οξέα, συμπεριφέρεται ως βάση. Η αντίδραση είναι μία απλή εξουδετέρωση:

$$Al(OH)_{3(s)} + 3H_3O^+_{(aq)} \rightarrow Al^{3+}_{(aq)} + 6H_2O_{(l)} \quad (1)$$

Όταν αντιδρά με βάσεις, συμπεριφέρεται ως οξύ και σχηματίζει ένα υδροξοϊόν (αργιλικό ιόν)

$$Al(OH)_{3(s)} + OH^-_{(aq)} \rightarrow Al(OH)_4^-{}_{(aq)} \quad (2)$$

Το αργίλιο αντιδρά αργά με αραιά οξέα, επειδή η επιφάνειά του συνήθως προστατεύεται από ένα πολύ λεπτό, αδιαπέραστο στρώμα οξειδίου του αργιλίου. Αλκαλικά διαλύματα ή βάσεις (που περιέχουν OH^-) διαλύουν το στρώμα του οξειδίου και στη συνέχεια επιτίθενται στο μέταλλο. Για το λόγο αυτό σε υδατικά αλκαλικά διαλύματα, το αργίλιο οξειδώνεται σε $Al(OH)_4^-$ (τετραϋδροξυαργιλικό ιόν), το οποίο είναι σταθερό μόνο σε βασικά διαλύματα.

$$2Al_{(s)} + 6H_2O_{(l)} + 2KOH_{(aq)} \rightarrow 2K[Al(OH)_4]_{(aq)} + 3H_{2(g)} \quad (3)$$

Όταν προστεθεί αργά θειικό οξύ σε ένα αλκαλικό διάλυμα αυτού του συμπλόκου ιόντος, η περίσσεια KOH εξουδετερώνεται με ένα μέρος του H_2SO_4 προς τη δημιουργία θειικού καλίου.

$$2KOH_{(aq)} + H_2SO_{4(aq)} \rightarrow K_2SO_{4(aq)} + 2H_2O_{(l)} \quad (4)$$

Αρχικά ένα υδροξείδιο (OH^-) απομακρύνεται από κάθε $[Al(OH)_4]^-$ με αποτέλεσμα τη δημιουργία ενός λευκού ιζήματος, υδροξειδίου του αργιλίου, $Al(OH)_3$.

$$2K[Al(OH)_4]_{(aq)} + H_2SO_{4(aq)} \rightarrow 2Al(OH)_{3(s)} + K_2SO_{4(aq)} + 2H_2O_{(l)} \quad (5)$$

Με την προσθήκη περισσότερου H_2SO_4, το υδροξείδιο του αργιλίου διαλύεται σχηματίζοντας το ενυδατωμένο κατιόν αργιλίου (αντίδραση εξουδετέρωσης).

$$2Al(OH)_{3(s)} + 3H_2SO_{4(aq)} \rightarrow Al_2(SO_4)_{3(aq)} + 6H_2O_{(l)} \quad (6)$$

Όταν το οξινισμένο διάλυμα θειικού αργιλίου κρυώσει, καθιζάνει η στυπτηρία $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$.

$$Al_2(SO4)_{3(aq)} + K_2SO_{4(aq)} + 24\ H_2O_{(l)} \rightarrow 2\ [KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]_{(s)} \quad (7)$$

Η ολική αντίδραση που πραγματοποιείται είναι το άθροισμα των αντιδράσεων (3) και (5) έως (7):

$$2Al_{(s)} + 2KOH_{(aq)} + 4\ H_2SO_{4(aq)} + 22H_2O_{(l)} \rightarrow 2[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]_{(s)} + 3\ H_{2(g)} \quad (8)$$

Σε βιομηχανική κλίμακα, για την παρασκευή της στυπτηρίας μπορούν να χρησιμοποιηθούν περιέκτες αλουμινίου ποτών και αναψυκτικών (απορρίμματα), οι οποίοι αποτελούνται κυρίως από αργίλιο. Αν και το αργίλιο αποτελεί το τρίτο σε αφθονία στοιχείο στο φλοιό της γης, το κόστος εξαγωγής του από το έδαφος είναι υψηλό και η κύρια πηγή του είναι ο βωξίτης, η ένυδρη μορφή του οξειδίου του αργιλίου $Al_2O_3 \cdot 2H_2O$. Αν και υπάρχει ανησυχία για τη μείωση των κοιτασμάτων ορυκτών αργιλίου, το μεγαλύτερο πρόβλημα αποτελεί το ποσό ηλεκτρικής ενέργειας που απαιτείται για την εξαγωγή του αργιλίου από τα ορυκτά του. Η ενέργεια μπορεί να μειωθεί κατά 95 % με την ανακύκλωση περιεκτών.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παρασκευή και η παραλαβή στυπτηρίας $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ χρησιμοποιώντας αλουμινόχαρτο ως πρώτη ύλη.

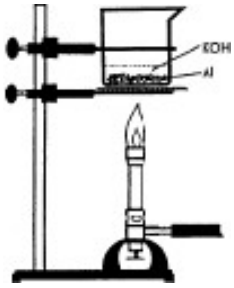
Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
Στερεά • Αλουμινόχαρτο **Διαλύματα** • KOH 1,4 M • αιθανόλη • H_2SO_4 9,0 M	▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ▪ Ύαλος ωρολογίου ▪ Ποτήρια ζέσεως 250 mL ▪ Γυάλινη ράβδος ▪ Ογκομετρικοί κύλινδροι 10 mL, 20 mL ▪ Συσκευή διήθησης υπό κενό ▪ Χωνί Buchner (διαμέτρου 80 mm) ▪ Ηθμός λευκής ταινίας ▪ Δοκιμαστικοί σωλήνες ▪ Λουτρό πάγου ▪ Σπαθίδα

1. Σε ποτήρι ζέσεως των 250 mL τοποθετούνται μικρά κομμάτια αλουμινόχαρτου μάζας περίπου 1,0 g (0,9 - 1,2 g).
2. Προστίθενται 50 mL διαλύματος 1,4 M KOH
3. Το ποτήρι θερμαίνεται με λύχνο bunsen στον απαγωγό, χωρίς όμως να φτάσει σε βρασμό (Σχήμα 1). Παρατηρείται έκλυση φυσαλλίδων. Ο όγκος του υγρού δεν πρέπει να μειωθεί κάτω από τα 25 mL (διάρκεια περίπου 5 min).
4. Διηθείται το θερμό διάλυμα υπό κενό για την απομάκρυνση τυχόν στερεών υπολειμμάτων (Σχήμα 2). Το διήθημα θα πρέπει να είναι διαυγές. Σε αντίθετη περίπτωση επαναλαμβάνεται η διήθηση με ηθμό από διπλό διηθητικό χαρτί. Το ποτήρι ζέσεως ξεπλένεται με 5 mL απιονισμένου νερού.
5. Το διαυγές διήθημα μεταφέρεται σε ένα καθαρό ποτήρι ζέσεως 250 mL. Η φιάλη διήθησης ξεπλένεται με 5 mL απιονισμένου νερού τα οποία προστίθενται μέσα στο ποτήρι ζέσεως. Αν το διήθημα δεν έχει κρυώσει ακόμα τοποθετείται σε λουτρό κρύου νερού.
6. Στο κρύο διήθημα προστίθενται 20mL 9,0 M H_2SO_4, αργά, προσεκτικά και με ανάδευση. Το διάλυμα θα ζεσταθεί από την αντίδραση εξουδετέρωσης που θα πραγματοποιηθεί. Μπορεί να παρατηρηθεί η δημιουργία ιζήματος $Al(OH)_3$. Αν απαιτείται, το διάλυμα θερμαίνεται

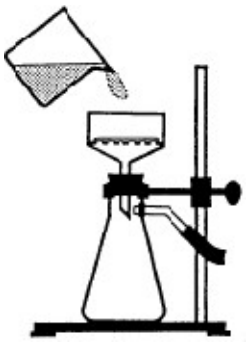
ελαφρά για την πλήρη διαλυτοποίηση του $Al(OH)_3$. Αν, έπειτα από μερικά λεπτά θέρμανσης (περίπου 5 min), υπάρχουν υπολείμματα στερεών, το διάλυμα πρέπει να διηθηθεί.





Σχήμα 1: Διάταξη θέρμανσης διαλύματος





Σχήμα 2: Διάταξη διήθησης υπό κενό.

7. Το ποτήρι ζέσεως τοποθετείται σε λουτρό πάγου για να καταβυθιστούν οι κρύσταλλοι της στυπτηρίας (alum). Αν δεν δημιουργηθούν κρύσταλλοι, θα πρέπει να προκληθεί κρυστάλλωση. Για να γίνει αυτό, γίνεται γρήγορη ανάδευση του διαλύματος ή τρίβεται με το γυάλινο αναδευτήρα ο πυθμένας του ποτηριού ζέσεως.

Εναλλακτικά, συμπυκνώνεται με θέρμανση το διάλυμα και ψύχεται στο λουτρό πάγου.

8. Σε ένα μικρό ποτήρι ζέσεως αναμιγνύονται 20 mL αιθανόλης με 20 mL νερού. Το κρύο διάλυμα στυπτηρίας απομακρύνεται από το λουτρό πάγου και τοποθετείται το διάλυμα αιθανόλης.
9. Οι κρύσταλλοι στυπτηρίας απομακρύνονται με διήθηση υπό κενό σε χωνί Buchner, με προζυγισμένο ηθμό λευκής ταινίας, από το κρύο διάλυμα. Η υγρασία πρέπει να απομακρυνθεί όσο το δυνατόν περισσότερο. Τα υπολείμματα κρυστάλλων ξεπλένονται από το ποτήρι ζέσεως τρεις φορές με το κρύο διάλυμα αιθανόλης. Με τη χρήση σπαθίδας οι κρύσταλλοι απλώνονται ομοιόμορφα στον ηθμό.
10. Ο ηθμός τοποθετείται με προσοχή σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και οι κρύσταλλοι ξηραίνονται στον απαγωγό σε θερμοκρασία περιβάλλοντος (η αιθανόλη στο διάλυμα ξεπλύματος μειώνει τη διαλυτότητα της στυπτηρίας).
11. Μετά την ξήρανση ακολουθεί ζύγιση και υπολογίζεται η μάζα του κρυσταλλικού στερεού.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να γραφούν οι αντιδράσεις που γίνονται στα διάφορα στάδια της διαδικασίας.
2. Να υπολογιστεί η απόδοση της πειραματικής διαδικασίας με βάση την αρχική ποσότητα αργιλίου που χρησιμοποιήθηκε.

Βιβλιογραφία

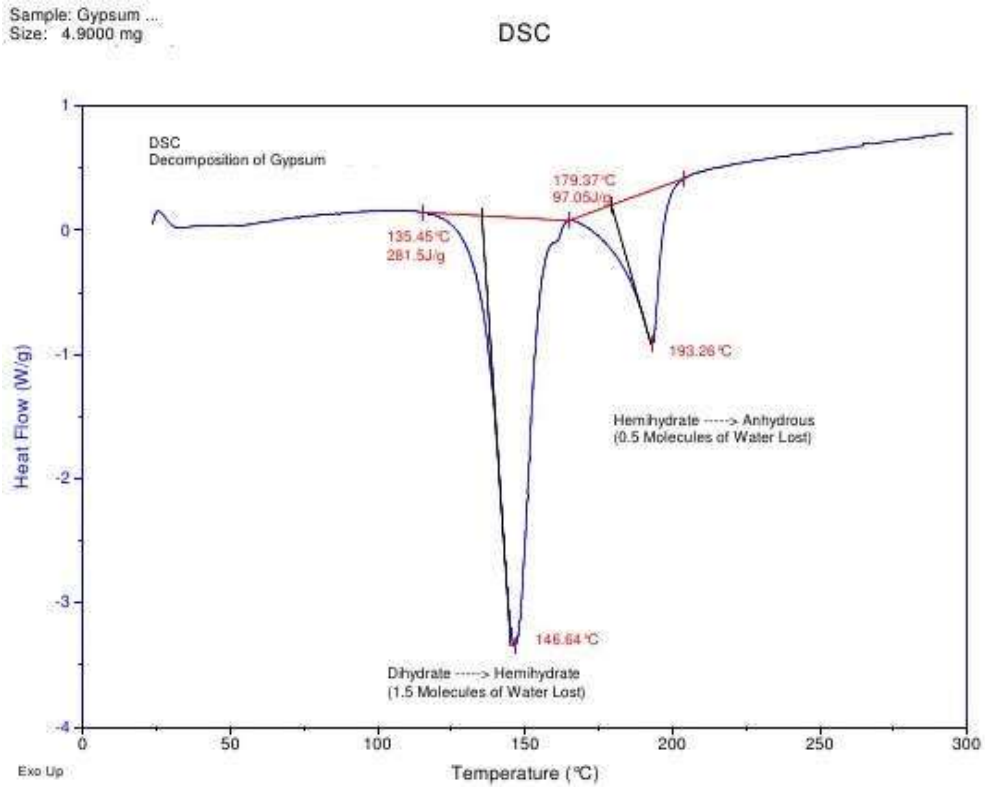
1. Cotton A., Wilkinson G. And Gaus P., Βασική Ανόργανη Χημεία Μετάφραση: Λουλούδη Μ., Γαρούφης Α., Μαλανδρίνος Γ. και Πλακατούρας Γ., Επιστημονικές Εκδόσεις Παρισιανου Α.Ε., 3η έκδοση, Αθήνα (2015).
2. Ebbing D. and Gammon S., General Chemistry, Houghton Mifflin Company, 9th edition, USA (2009).
3. Katz. A. D. Alum from waste aluminum cans, Laboratory Experiments for Non-major and General Chemistry Courses(2009).

Παρασκευή και Επεξεργασία Πλαστικής Γύψου

Βασική Θεωρία

Η γύψος (gypsum) είναι το βασικό ορυκτό του θειικού ασβεστίου. Πρόκειται για τον διυδρίτη ή διένυδρο θειικό ασβέστιο ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). Με σταδιακή θέρμανση, η κρυσταλλική γύψος χάνει μέρος από τα νερά της και μετατρέπεται στην λευκή σκόνη του ημιένυδρου θειικού ασβεστίου. Συγκεκριμένα, η γύψος αρχίζει ήδη στους 80 ^oC να χάνει νερό και περίπου στους 150 ^oC έχει χάσει το 20% της μάζας της ως νερό ή το 75% του κρυσταλλικού νερού της και έχει μετατραπεί εξ' ολοκλήρου στο ημιένυδρο άλας ή ημιυδρίτη $CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$ (ή $2CaSO_4 \cdot H_2O$), το οποίο αποτελεί την πλαστικό γύψο ή γύψο ταχείας πήξεως.

$$CaSO_4 \cdot 2H_2O \xrightarrow{\text{Θέρμανση έως 145 } ^oC} CaSO_4 \cdot 1/2H_2O + 3/2\ H_2O \qquad (1)$$



Σχήμα 1: Γράφημα διαφορικής θερμικής ανάλυσης γύψου (DSC)

Σε θερμοκρασία 190-200 ^{o}C προκύπτει ο ανυδρίτης, ο οποίος έχει αποβάλει τελείως το νερό, έχει όμως τη δυνατότητα ανάκτησης των δύο μορίων νερού που έχασε. Πήζει αρκετά γρήγορα και χρησιμοποιείται στην τοιχοποιία. Σε θερμοκρασία άνω των 500 ^{o}C προκύπτει η νεκρή γύψος (dead-burned anhydrite), η οποία δεν έχει τη δυνατότητα να προσλάβει πλέον νερό και χρησιμοποιείται σε μαρμαροκονιάματα. Αν η θερμοκρασία ξεπεράσει τους 1100 ^{o}C αρχίζει η μερική διάσπαση του $CaSO_4$ σε CaO και SO_3.

Η γύψος είναι διαυγής έως λευκή, αλλά μπορεί να έχει χρώμα κοκκινωπό έως καφέ ή κίτρινο εάν υπάρχουν ακαθαρσίες. Βιβλιογραφικά αναφέρεται ότι καθαρή γύψος σπάνια βρίσκεται. Η φυσική γύψος περιέχει συνήθως μέχρι 15 έως 20% ακαθαρσίες, συνήθως αργιλοπυριτικά ορυκτά, ορυκτά που περιέχουν οξείδιο ή/ και υδροξείδιο ασβεστίου, ασβεστομαγνησιούχα ανθρακικά ορυκτά και άμμο. Σε κάποιες περιπτώσεις οι ακαθαρσίες φτάνουν και το 35% της ορυκτής γύψου. Η καθαρότητα της γύψου πρέπει να είναι γνωστή για τις διάφορες χρήσεις της.

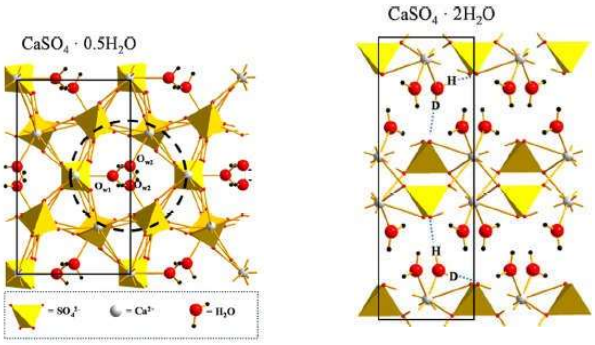
Η χρήση της πλαστικής γύψου ως οικοδομικού υλικού ξεκινά από την εποχή της ανάπτυξης των πρώτων πολιτισμών στη Μεσοποταμία, την αρχαία Αίγυπτο και την αρχαία Ελλάδα. Κοιτάσματα γύψου είχαν βρεθεί γύρω από το αρχαίο Παρίσι (γυψορυχεία του λόφου της Μονμάρτης). Οι Γάλλοι από το 1700 είχαν επιβάλλει την κάλυψη των ξύλινων σπιτιών με γύψο ως μέτρο προστασίας έναντι της επέκτασης των πυρκαγιών. Γι' αυτό το λόγο η πλαστική γύψος έγινε ευρύτερα γνωστός ως Plaster of Paris. Σήμερα η γύψος χρησιμοποιείται σε πολλά πεδία όπως στον οικοδομικό τομέα, στην ιατρική, στη βιομηχανία και στη γεωργία.

Ο ημιυδρίτης $CaSO_4 \cdot 1/2\ H_2O$ (ή $2CaSO_4 \cdot H_2O$) όταν αναμιγνυεται με νερό μετατρέπεται σε μια εύπλαστη μάζα (γυψοπολτός) που ταχύτατα σκληραίνει μεταπίπτοντας πάλι σε γύψο, ενώ ταυτόχρονα παρατηρείται μικρή διαστολή του.

$$CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O + \frac{3}{2}H_2O \longrightarrow CaSO_4 \cdot 2H_2O \quad (2)$$

Στην ιδιότητα αυτή στηρίζεται η χρήση της στην οικοδομική με τη μορφή γυψοκονιάματος (γυψοκορνίζες, γυψοσανίδες κλπ) και στην ιατρική (αποκατάσταση καταγμάτων κλπ).

Η στερεοποίηση ξεκινά μετά από 10 min και συνήθως ολοκληρώνεται περίπου μετά από 45 min. Κατά την ενυδάτωση της πλαστικής γύψου σχηματίζονται μεγαλύτεροι κρύσταλλοι φυσικής γύψου, οι οποίοι συνδέονται μεταξύ τους. Αυτός ο τρόπος σύνδεσης επιτρέπει στο αρχικά εύπλαστο μίγμα να σκληραίνει και να στερεοποιείται (Σχήμα 2).



Σχήμα 2: Κρύσταλλοι της πλαστικής γύψου και της φυσικής γύψου

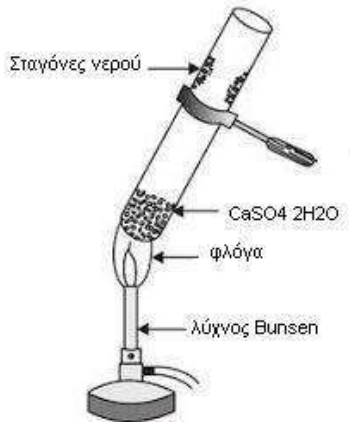
Επειδή οι κρύσταλλοι της διένυδρης γύψου, που σχηματίζονται είναι περισσότερο σταθεροί απελευθερώνεται θερμότητα και παρατηρείται αύξηση της θερμοκρασίας του μίγματος. Καθώς το νερό προστίθεται στον πλαστικό γύψο οι δεσμοί των μορίων του πλαστικού γύψου και του νερού σπάνε και στη συνέχεια σχηματίζεται η ενυδατωμένη φυσική γύψος.

Αντικείμενο της άσκησης είναι η παρασκευή πλαστικής γύψου από ορυκτή γύψο, η καταγραφή της ενυδάτωσής της, καθώς και ο έλεγχος της καθαρότητας της ορυκτής γύψου.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Ορυκτή γύψος $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ • Άνυδρος θειικός χαλκός ($CuSO_4$) • Ημιένυδρο θειικό ασβέστιο (Plaster of Paris)	• Ηλεκτρονικός αναλυτικός ζυγός • Σπάτουλα • Κάψα πορσελάνης • Πυριατήριο • Ξηραντήρας • Λύχνος Bunsen • Δοκιμαστικός σωλήνας • Ξύλινη λαβίδα • Πλαστικό ποτήρι μικρού μεγέθους 60mL • Ράβδος ανάδευσης • Θερμόμετρο

1. 15 mL νερού τοποθετούνται σε μικρό πλαστικό ποτήρι. Καταγράφεται η θερμοκρασία του.
2. Προστίθενται 30 g *plaster of Paris* και το μείγμα αναδεύεται αργά μέχρι να παραληφθεί ομοιογενής πολτός.
3. Καταγράφεται η θερμοκρασία του πολτού κάθε 5 min. Η καταγραφή της θερμοκρασίας σταματά όταν ο πολτός έχει στερεοποιηθεί πλήρως. ΠΡΟΣΟΧΗ: Το θερμόμετρο πρέπει να έχει τυλιχθεί με αλουμινόχαρτο στο τμήμα που βυθίζεται μέσα στο μίγμα, ώστε να είναι εύκολη η απομάκρυνση του από αυτό.
4. Ζυγίζονται 8 - 10 g *ορυκτής γύψου* και μεταφέρονται σε προζυγισμένη κάψα πορσελάνης.
5. Η κάψα τοποθετείται στο πυριατήριο στους 145^{o}C όπου και παραμένει για 40 min. Στη συνέχεια αφήνεται να κρυώσει σε ξηραντήρα και ζυγίζεται.
6. Τα βήματα 4 και 5 επαναλαμβάνονται μέχρι να βρεθεί σταθερή μάζα.
7. Μεταφέρεται μικρή ποσότητα (με την ειδική σπάτουλα) ορυκτής γύψου σε δοκιμαστικό σωλήνα και θερμαίνεται ανακινώντας αργά το σωλήνα για 3 min. Παρατηρείται η εμφάνιση σταγονιδίων στο πάνω μέρος του δοκιμαστικού σωλήνα.
8. Τοποθετείται μικρή ποσότητα άνυδρου θειικού χαλκού ($CuSO_4$) σε επαφή με τα σταγονίδια και καταγράφεται πιθανή αλλαγή του χρώματος.



Σχήμα 3 : Θέρμανση γύψου

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Να συμπληρωθεί ο παρακάτω πίνακας από τις μετρήσεις της θερμοκρασίας του μίγματος πλαστικού γύψου – νερού.

Πίνακας 1: Μεταβολή της θερμοκρασίας κατά την ενυδάτωση της πλαστικής γύψου

Χρόνος t (min)	Θερμοκρασία T ^{o}C
0	
5	
10	
15	
20	

2. Να σχεδιαστεί το γράφημα (t, T). Να σχολιαστεί η μορφή του.
3. Θεωρείται ότι η ορυκτή γύψος κατά τη θέρμανση στους 145 ^{o}C μετατράπηκε πλήρως σε πλαστικό γύψο.
   Από τις ζυγίσεις της κάψας με την ορυκτή γύψο να βρεθεί η απώλεια βάρους και να υπολογιστεί η καθαρότητα της ορυκτής γύψου (% κ.β. $CaSO_4 \cdot 2H_2O$).

Ερωτήσεις

1. Πώς μεταβάλλεται η φυσική κατάσταση του plaster of Paris κατά την ανάμιξη του με το νερό; Πού οφείλεται αυτή η αλλαγή και πού βρίσκει εφαρμογές;
2. Πώς μεταβάλλεται η θερμοκρασία του μίγματος πλαστικής γύψου – νερού; Πώς χαρακτηρίζεται η αντίδραση κατά την ανάμιξη;
3. Γιατί επιλέχθηκε η θερμοκρασία των 145 ^{o}C για τη θέρμανση της ορυκτής γύψου;
4. Να γραφεί η αντίστοιχη αντίδραση της θέρμανσης στους 145 ^{o}C του διένυδρου θειικού ασβεστίου.
5. Η θέρμανση της γύψου στους 145 ^{o}C είναι ένα φυσικό ή χημικό φαινόμενο; Να το εξηγήσετε.

6. Πώς εξηγείται η αλλαγή που παρατηρήθηκε όταν ο άνυδρος θειικός χαλκός ήρθε σε επαφή με τα σταγονίδια που δημιουργήθηκαν στο πάνω μέρος του δοκιμαστικού σωλήνα, που περιέχει την ορυκτή γύψο και θερμαίνεται;
7. ΑΣΚΗΣΗ: 8,60 g καθαρής γύψου θερμαίνονται στους 145 ^{o}C. Ζυγίζονται, αφού ψυχθούν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, και βρίσκεται $m_{τελ}$=7,48 g.
   Να υπολογισθεί πόσα κρυσταλλικά νερά υπάρχουν στο τελικό προϊόν. Να βρεθεί η απόκλιση της μετρηθείσας τιμής από την πραγματική τιμή των κρυσταλλικών νερών που χάνονται σε αυτή τη θερμοκρασία.

Βιβλιογραφία

1. Λιοδάκης Στ., Γάκης Δ., Θεοδωρόπουλος Δ., Θεοδωρόπουλος Π., Κάλλης Αν. «Χημεία θετικής κατεύθυνσης» ,ΙΤΥΕ,2013
2. Norris F. James , Mark L. Kenneth “Laboratory Exercises in Inorganic Chemistry”, McGraw – Will Book Company, Inc
3. http://www.rsc.org/learn-chemistry
4. http://www.phywe.com
5. NBS Technical note 755 “Some aspects of the Setting and Hardening of Gypsum Plaster”.

6 www.mri.psu.edu./mcl

7 www.esci.umn.edu/courses/1001/minerals/gypsum.shtml

Σύνθεση ενώσεων σύνταξης-
Παρασκευή συμπλόκου του Χαλκού(ΙΙ) με αμμωνία

Βασική Θεωρία

Οι ενώσεις σύνταξης αποτελούν μία σημαντική κατηγορία ανόργανων ενώσεων οι οποίες περιέχουν ένα μεταλλικό ιόν στο οποίο είναι συνδεδεμένα άλλα ιόντα ή μόρια με ομοιοπολικούς δεσμούς σύνταξης. Οι ενώσεις σύνταξης είναι γενικότερα γνωστές και ως σύμπλοκα. Τα ιόντα ή τα μόρια που συνδέονται με το μεταλλικό ιόν καλούνται υποκαταστάτες. Το κεντρικό μεταλλικό ιόν και οι υποκαταστάτες σχηματίζουν ένα σύμπλοκο. Τα πιο απλά σύμπλοκα είναι τα ενυδατωμένα κατιόντα των μετάλλων μετάπτωσης. Για παράδειγμα σε πολύ κοινά άλατα όπως είναι τα $Co(NO_3)\cdot 6H_2O$ και $CuSO_4\cdot 5H_2O$, το μεταλλικό ιόν είναι συνδεδεμένο με έξι μόρια νερού σχηματίζοντας το σύμπλοκο ιόν, $[M(H_2O)_6]^{2+}$, όπου *M* είναι το κατιόν του μετάλλου. Το σύμπλοκο με τα έξι μόρια νερού είναι αυτό με τη μεγαλύτερη συγκέντρωση στα υδατικά διαλύματα αυτών των αλάτων. Ένα σύμπλοκο ιόν σχηματίζεται από ένα μεταλλικό ιόν και έναν υποκαταστάτη μέσω μίας αντίδρασης οξέως-βάσεως κατά Lewis. Το θετικά φορτισμένο μεταλλικό ιόν δρα ως ένα οξύ κατά Lewis, και ο υποκαταστάτης, με ένα ή περισσότερα μονήρη ζεύγη ηλεκτρονίων, δρα ως μία βάση κατά Lewis. Μικρά μεταλλικά ιόντα με υψηλό φορτίο, όπως τα Cu^{2+} και Ru^{2+}, εμφανίζουν ισχυρή τάση να δρουν ως οξέα κατά Lewis και κατά συνέπεια έχουν τη μεγαλύτερη τάση να σχηματίζουν σύμπλοκες ενώσεις

Πολλά διαφορετικά μόρια και ιόντα μπορούν να δράσουν ως υποκαταστάτες στις ενώσεις σύνταξης. Η κύρια προϋπόθεση για τους υποκαταστάτες είναι να διαθέτουν τουλάχιστον ένα άτομο με μονήρες ζεύγος ηλεκτρονίων ικανό να αλληλεπιδράσει με ένα κενό τροχιακό μετάλλου. Ως υποκαταστάτες μπορούν να δρουν ουδέτερα μόρια (π.χ. H_2O, NH_3) ή ανιόντα (π.χ. Cl^-, CN^-). Κατιόντα δρουν ως υποκαταστάτες σε πολύ σπάνιες περιπτώσεις. Αυτό είναι αναμενόμενο, επειδή ένα ζεύγος ηλεκτρονίων πάνω σε ένα κατιόν συγκρατείται σταθερά από το θετικό φορτίο και έτσι δεν θα μπορούσε να εμπλακεί σε δεσμούς σύνταξης.

Οι ομοιοπολικοί δεσμοί σύνταξης σε ένα σύμπλοκο είναι γενικά σχετικά ασθενείς. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα ένας ή περισσότεροι υποκαταστάτες να μπορούν να αντικατασταθούν σε αντιδράσεις απλής αντικατάστασης.

Το ιόν του χαλκού(ΙΙ) σε υδατικά διαλύματα, που συνήθως αποδίδεται ως Cu^{2+}, γράφεται ακριβέστερα ως $[Cu(H_2O)_6]^{2+}$. Το ιόν αυτό έχει ένα λαμπερό μπλε χρώμα. Υδατωμένα άλατα του χαλκού(ΙΙ), όπως ο πενταϋδρικός θειικός χαλκός(ΙΙ), $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, έχουν επίσης μπλε χρώμα. Τέσσερα από τα μόρια H_2O του $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ είναι ενωμένα με το Cu^{2+}, ενώ το πέμπτο ενώνεται μέσω δεσμού υδρογόνου με το θειικό ανιόν, καθώς και με τα μόρια H_2O του ιόντος χαλκού. Για το λόγο αυτό, η ένωση γράφεται ως $[Cu(H_2O)_4]SO_4 \cdot H_2O$. Όταν το άλας αυτό θερμανθεί, χάνει σταδιακά τα μόρια νερού που διαθέτει. Το ένυδρο άλας $CuSO_4 \cdot H_2O$ και το άνυδρο άλας $CuSO_4$ είναι σχεδόν άχρωμες ουσίες, γεγονός που δείχνει ότι το μπλε χρώμα του $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ οφείλεται στη συμπλοκοποίηση των μορίων νερού με το ιόν του χαλκού.

Η προσθήκη υποκαταστατών σε υδατικά διαλύματα οδηγεί στο σχηματισμό συμπλόκων με διαδοχική απομάκρυνση των μορίων νερού από τη σφαίρα ένταξης. Με προσθήκη NH_3, για παράδειγμα, σχηματίζονται τα κατιόντα $[Cu(NH_3)(H_2O)_5]^{2+}$ έως $[Cu(NH_3)_4(H_2O)_2]^{2+}$, όπου μόνο τα τέσσερα από τα έξι μόρια νερού αντικαθίστανται από την αμμωνία, το οποίο οφείλεται στην οκταεδρική γεωμετρία του συμπλόκου.

Στο πειραματικό μέρος της άσκησης θα παρασκευαστεί και θα απομονωθεί σε στερεή κατάσταση τετραμμώνιος θειικός χαλκός $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$ από την αντίδραση $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ και NH_3 σε υδατικό διάλυμα.

Η αντίδραση (1) είναι μία αντίδραση απλής αντικατάστασης στην οποία τα μόρια NH_3 αντικαθιστούν τα μόρια νερού που είναι αρχικά συνδεδεμένα στο δισθενές ιόν του χαλκού.

$$[Cu(H_2O)_4]SO_4 \cdot H_2O_{(aq)} + 4NH_{3(aq)} \rightarrow [Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O_{(aq)} + 4H_2O_{(l)} \quad (1)$$

Η αμμωνία αντικαθιστά τα μόρια του νερού στο ενυδατωμένο ιόν, επειδή είναι πιο ισχυρή βάση από το νερό.

Αντικείμενο της εργαστηριακής άσκησης είναι η παρασκευή και παραλαβή της ένωσης σύνταξης $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
Στερεά ▪ $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ▪ $CuSO_4$ **Διαλύματα** • π. NH_3, 25 % w/w • αιθανόλη • Na_2CO_3 2M	▪ Ζυγός ακριβείας δύο δεκαδικών ▪ Ύαλος ωρολογίου ▪ Ποτήρι ζέσεως 250 mL ▪ Γυάλινη ράβδος ▪ Ογκομετρικός κύλινδρος 10 mL ▪ Συσκευή διήθησης υπό κενό ▪ Χωνί Buchner ▪ Διηθητικό χαρτί ▪ Δοκιμαστικοί σωλήνες ▪ Λουτρό πάγου ▪ Σπαθίδα

1. Σε ποτήρι ζέσεως των 250 mL διαλύονται 6,25 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ σε μίγμα 10 mL πυκνής αμμωνίας και 6 mL απιονισμένου νερού.
2. Το διάλυμα αναδεύεται με γυάλινη ράβδο μέχρι να διαλυθεί πλήρως ο θειικός χαλκός.
3. Το διάλυμα που προκύπτει είναι βαθύ μπλε, επειδή σχηματίζεται το σύμπλοκο $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$, σύμφωνα με την αντίδραση 1.
4. Για να γίνει εμφανής η καταβύθιση του ιζήματος, προστίθενται αργά 25mL αιθανόλης στα τοιχώματα του ποτηριού ζέσεως, η οποία μειώνει την διαλυτότητα του τετραμμώνιου θειικού χαλκού.
5. Το στερεό διηθείται υπό κενό, σε χωνί Buchner, με προζυγισμένο διπλό χαρτί διήθησης. 5 mL αιθανόλης χρησιμοποιούνται για το ξέπλυμα του ποτηριού ζέσεως και ακόμα 5 mL αιθανόλης χρησιμοποιούνται για την έκπλυση των κρυστάλλων στο χωνί Buchner. Η διήθηση υπό κενό ολοκληρώνεται όταν έχει απομακρυνθεί όλη η υγρασία από τους κρυστάλλους.
6. Ο ηθμός τοποθετείται με προσοχή σε προζυγισμένη ύαλο ωρολογίου και οι κρύσταλλοι ξηραίνονται σε απαγωγό σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.
7. Μετά την ξήρανση ακολουθεί ζύγιση και υπολογίζεται η μάζα του κρυσταλλικού στερεού.
8. Σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες τοποθετούνται ίσες ποσότητες του στερεού συμπλόκου που παρασκευάστηκε και του άνυδρου θειικού χαλκού (περίπου 0,3 g).

9. Σε κάθε σωλήνα προστίθενται 5 mL απιονισμένου νερού και αναδεύονται, ώστε να διαλυθούν τα στερεά.
10. Σε κάθε σωλήνα προστίθενται 3 σταγόνες διαλύματος Na_2CO_3 2M. Καταγράφονται οι παρατηρήσεις.
11. Σε δύο δοκιμαστικούς σωλήνες τοποθετούνται ίσες ποσότητες του συμπλόκου που παρασκευάστηκε (περίπου 0,3 g).
12. Στον ένα σωλήνα προστίθενται 5 mL νερού και στον άλλο 5 mL αιθανόλης και ακολουθεί καλή ανάδευση. Καταγράφονται οι παρατηρήσεις

Ερωτήσεις

1. Τι παρατηρείται κατά την ανίχνευση της δέσμευσης των ιόντων χαλκού; Πως εξηγείται το φαινόμενο αυτό;
2. Τι παρατηρείται κατά τη διάλυση του συμπλόκου του χαλκού στους δύο διαφορετικούς διαλύτες; Πως εξηγείται το φαινόμενο αυτό;
3. Να υπολογιστεί η απόδοση της πειραματικής διαδικασίας με βάση την αρχική ποσότητα $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ που χρησιμοποιήθηκε, σύμφωνα με την αντίδραση 1.

Βιβλιογραφία

1. Cotton A., WilkinsonG. And Gaus P.,Βασική Ανόργανη Χημεία Μετάφραση: Λουλούδη Μ., Γαρούφης Α., Μαλανδρίνος Γ. και Πλακατούρας Γ., Επιστημονικές Εκδόσεις Παρισιανου Α.Ε., 3η έκδοση, Αθήνα(2015)
2. Μαρκόπουλος Ι., Μητσοπούλου Χ. κ.α., Εργαστηριακές Ασκήσεις Γενικής και Ανόργανης Χημείας, Εκδόσεις Σταμούλη, 1η έκδοση, Αθήνα(2005).
3. Ebbing D. and Gammon S., General Chemistry, Houghton Mifflin Company, 9th edition, USA (2009)
4. Phillip J. S., Preparing Tetraamminecopper(II) Sulfate Monohydrate, Modular Laboratory Program in Chemistry, Central Michigan University, (1993)

Θερμιδομετρία

Βασική Θεωρία

Το ποσό της θερμότητας (Q) που ανταλλάσσεται κατά τη διάρκεια μιας χημικής αντίδρασης εκφράζεται ποσοτικά με τη μεταβολή της ενθαλπίας ΔΗ. Η ΔΗ είναι ίση με την ενθαλπία των προϊόντων μείον την ενθαλπία των αντιδρώντων και κατά συνέπεια έχει αρνητικό πρόσημο για τις εξώθερμες και θετικό για τις ενδόθερμες αντιδράσεις.

$$\Delta H_{\text{αντίδρασης}} = H_{\text{προϊόντων}} - H_{\text{αντιδρώντων}}$$

Η μεταβολή της ενθαλπίας ΔΗ που συνδέεται με μια χημική αντίδραση εφόσον αυτή πραγματοποιείται υπό σταθερή πίεση ή σταθερό όγκο, εξαρτάται μόνο από τις αρχικές και τελικές συνθήκες του συστήματος και ισούται με το απορροφούμενο ή εκλυόμενο ποσό θερμότητας Q,

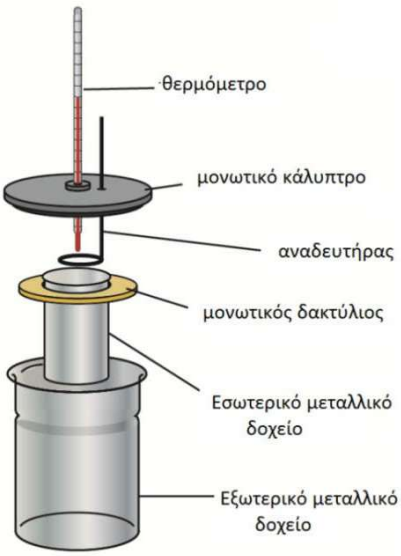
$$Q = \Delta H \qquad \text{όταν ή P : σταθερή}$$

Η θερμότητα είναι μορφή ενέργειας και μετριέται σε Joule. Για λόγους ιστορικούς η μέτρησή της γίνεται και σε θερμίδες (cal). 1 cal είναι η απαραίτητη ενέργεια που πρέπει να απορροφήσει 1gr αποσταγμένου νερού ώστε η θερμοκρασία του να αυξηθεί κατά 1 °C (από 14,5 σε 15,5 °C). Ισχύει ότι 1cal=4,18605 Joule. Χρησιμοποιείται επίσης και η μονάδα Btu (British thermal unit): 1 Btu=254 cal=1056,3Joule.

Ο πειραματικός προσδιορισμός της θερμότητας μιας αντίδρασης (θερμιδομετρία) γίνεται με τη χρήση συσκευής που ονομάζεται θερμιδόμετρο. Τα θερμιδόμετρα είναι κλειστά (σταθερού όγκου) ή ανοικτά (σταθερής πίεσης).

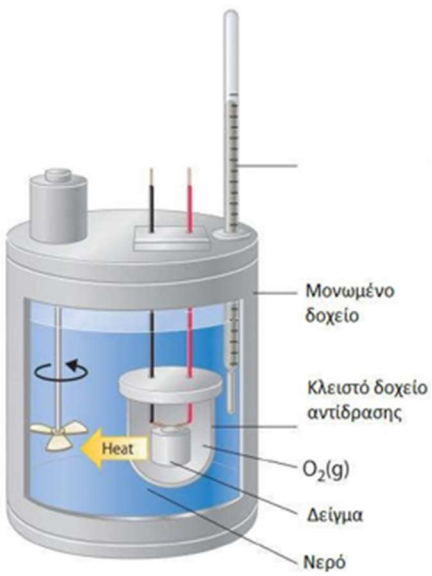
Τα πιο συνηθισμένα θερμιδόμετρα είναι τα θερμιδόμετρα σταθερής πίεσης (Σχήμα 1) και τα θερμιδόμετρα τύπου “bomb (βόμβας)” (Σχήμα 2). Το τύπου “bomb” χρησιμοποιείται για τον υπολογισμό της θερμότητας αντιδράσεων που γίνονται σε μεγάλο εύρος θερμοκρασιών και η μεγάλη διαφορά είναι ότι η αντίδραση πραγματοποιείται όχι στο διάλυμα αλλά σε ένα κλειστό μεταλλικό δοχείο και μπορεί να συμμετέχουν και στερεά. Εναλλακτικά, για απλές εργαστηριακές μετρήσεις μπορεί να χρησιμοποιηθεί το θερμιδόμετρο τύπου “coffeecup (κύπελλο του καφέ)” που είναι δύο κύπελλα πολυστυρενίου(styrofoam) με ένα κάλυπτρο και ένα θερμόμετρο (Σχήμα 2).



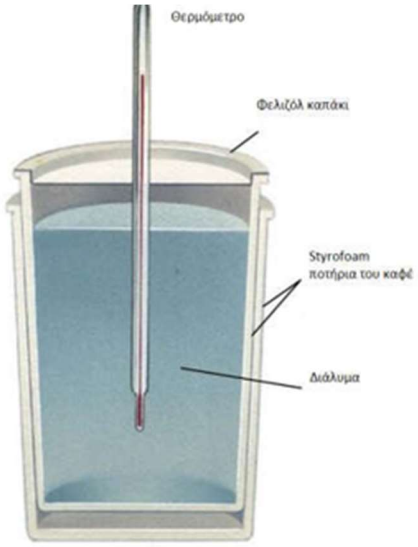


(α) (β)

Σχήμα 1: (α) Φωτογραφία απλού εμπορικού θερμιδομέτρου και (β) σχηματική αναπαράσταση



(α)



(β)

Σχήμα 2: (α) Θερμιδόμετρο τύπου bomb και (β) coffee cup

Το ποσό της θερμότητας που εκλύεται ή απορροφάται από ένα σώμα είναι ανάλογο της διαφοράς της θερμοκρασίας, ανάλογο της μάζας m του σώματος και τέλος εξαρτάται από το υλικό που είναι κατασκευασμένο το σώμα. Η βασική εξίσωση της θερμιδομετρίας δείχνει το ποσό θερμότητας (Q) που εκλύεται ή απορροφάται όταν μεταβληθεί η θερμοκρασία μιας ουσίας κατά ΔΤ.

$$Q = -m \cdot c \cdot \Delta T$$

$$Q = -\Delta H$$

$$\Delta H = m \cdot c \cdot \Delta T + m_{\iota\sigma} \cdot \Delta T$$

όπου

Q: θερμότητα που εκλύεται ή απορροφάται, (σε J ή cal)

M: μάζα της ουσίας, (σε g)

ΔΤ: μεταβολή της θερμοκρασίας (σε K)

C: ειδική θερμοχωρητικότητα της ουσίας(σε $cal \cdot K^{-1}.g^{-1}$)

$m_{\iota\sigma}$: η σταθερά του θερμιδομέτρου

Η θερμοχωρητικότητα C ενός συστήματος ή ενός σώματος είναι η θερμότητα που πρέπει να απορροφηθεί από το σύστημα ή το σώμα για να αυξηθεί η θερμοκρασία του κατά 1 βαθμό. Η μονάδα θερμοχωρητικότητας είναι:
$1\ J \cdot K^{-1}$ ή $cal \cdot K^{-1}$.

1. Προσδιορισμός σταθεράς θερμιδομέτρου

Η σταθερά του θερμιδομέτρου ($m_{ισ}$) αντιστοιχεί στη θερμοχωρητικότητά του δηλ. το γινόμενο της μάζας του θερμιδομέτρου επί την ειδική θερμοχωρητικότητά του και παριστάνει το ισοδύναμο σε νερό του θερμιδομέτρου. Την ποσότητα δηλαδή του νερού η οποία αν απορροφούσε τη θερμότητα που απορροφά το θερμιδόμετρο, θα άλλαζε θερμοκρασία κατά ΔΤ.

Αντικείμενο της άσκησης είναι να προσδιοριστεί η σταθερά του θερμιδομέτρου που θα χρησιμοποιηθεί για τις εργαστηριακές μετρήσεις.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• απιονισμένο νερό	▪ θερμιδόμετρο εμπορικό ή τύπου coffee cup ▪ θερμόμετρο ▪ λύχνος Bunsen ▪ λαβίδα ▪ ποτήρι ζέσεως 100mL ▪ ογκομετρικός κύλινδρος 50mL ▪ ζυγός ακρίβειας 0,01 g ▪ παγόλουτρο

1. Τοποθετείται απιονισμένο νερό (50-100 mL) μέσα σε ποτήρι ζέσεως και μεταφέρεται στο παγόλουτρο για να διατηρηθεί κρύο (~5 °C).
2. Τοποθετούνται 50 mL από το κρύο απιονισμένο νερό μέσα στο θερμιδόμετρο και καταγράφεται η θερμοκρασία. Μετράται η θερμοκρασία κάθε 2-3 λεπτά μέχρις ότου παραμένει σταθερή.
3. Παράλληλα τοποθετούνται 50 mL απιονισμένο νερό σε ένα άλλο ποτήρι ζέσεως και θερμαίνονται με το λύχνο Bunsen μέχρι θερμοκρασία 70-80 °C. (Απαιτείται ήπια ανάδευση κατά την διάρκεια της θέρμανσης).
4. Απομακρύνεται το ποτήρι ζέσεως από το λύχνο με τη χρήση λαβίδας (ή μιας πετσέτας). Αναδεύεται ήπια το ζεστό απιονισμένο νερό, μετράται

η θερμοκρασία και τοποθετείται το ζεστό νερό μέσα στο θερμιδόμετρο, όσο το δυνατόν ταχύτερα.

5. Αναδεύεται ήπια και καταγράφεται η θερμοκρασία στο θερμιδόμετρο κάθε 1-2 λεπτά.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Σχεδιάζεται η γραφική παράσταση της θερμοκρασίας έναντι του χρόνου για το πείραμα του προσδιορισμού της σταθεράς του θερμιδομέτρου. Από τη γραφική παράσταση υπολογίζεται η μέγιστη θερμοκρασία του διαλύματος. Είναι η θερμοκρασία που αντιστοιχεί στο σημείο τομής της γραμμής τάσης των θερμοκρασιών που καταγράφονται μετά την εξισορρόπηση του συστήματος και της κατακόρυφης στο χρόνο ανάμιξης των διαλυμάτων. (Όπως φαίνεται στο παράδειγμα που παρουσιάζεται στο Σχήμα 3).

2. Χρησιμοποιείται ο όγκος του νερού για τον υπολογισμό της μάζας του, θεωρώντας ότι η πυκνότητα του απιονισμένου νερού είναι 1,000 g/mL. Υπολογίζεται η σταθερά του θερμιδομέτρου ως εξής:

   Εφόσον η ανάμειξη ζεστού και κρύου νερού πραγματοποιείται σε αδιαβατικό θερμιδόμετρο, θεωρείται ότι η θερμότητα του ζεστού νερού ($-\Delta H_ζ$) απορροφήθηκε για να μεταβληθεί η θερμοκρασία του κρύου νερού και του θερμιδομέτρου και επομένως ισχύει:

   $\Delta H_ζ = m_ζ \cdot c \cdot (T_2 - T_f) = m_κ \cdot c \cdot (T_f - T_1) + m_{ισ} \cdot (T_f - T_1)$

   όπου

   $m_κ, m_ζ$: η μάζα του κρύου και ζεστού νερού αντίστοιχα,

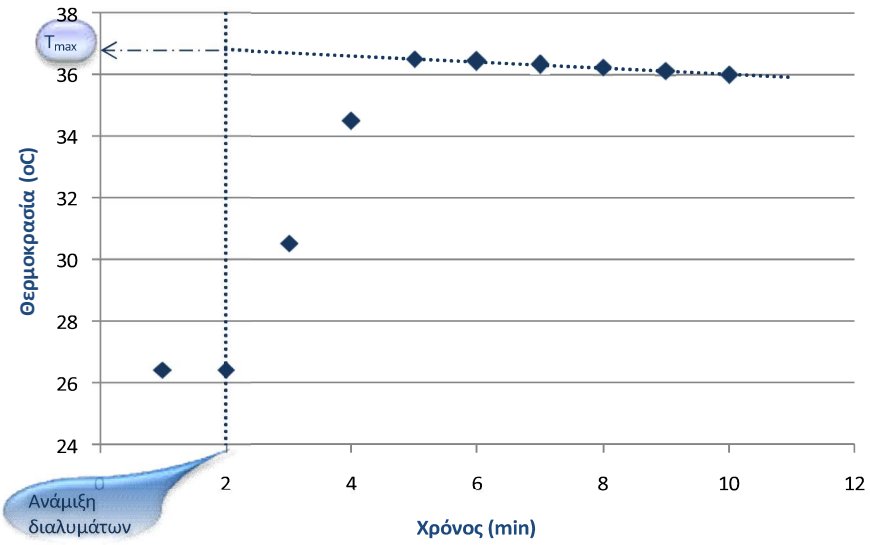
   T_1, T_2: η αρχική θερμοκρασία του ψυχρού και θερμού νερού αντίστοιχα,

   T_f : η μέγιστη θερμοκρασία,

   C: η ειδική θερμοχωρητικότητα του νερού, και

   $m_{ισ}$: η σταθερά του θερμιδομέτρου

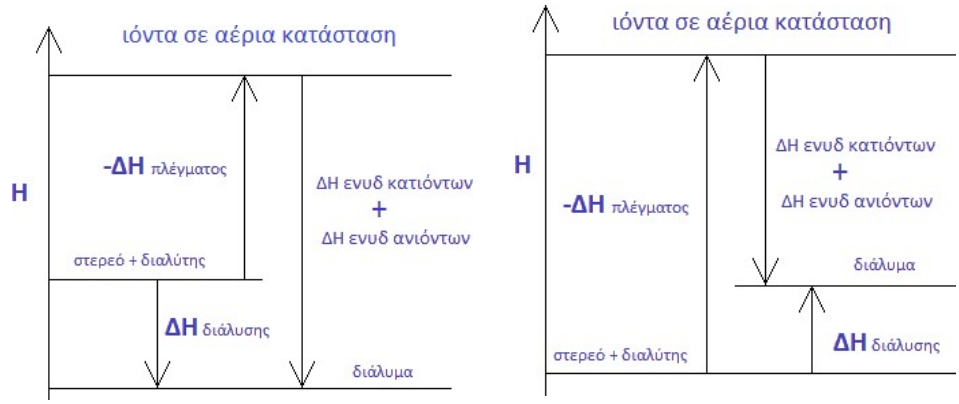
   Η T_f προσδιορίζεται από τη γραφική παράσταση



Σχήμα 3: Γραφική παράσταση θερμοκρασίας έναντι χρόνου

2. Προσδιορισμός ενθαλπίας διαλυτοποίησης

Ενθαλπία διαλυτοποίησης (ΔH_{sol}) είναι η θερμότητα που εκλύεται ή απορροφάται κατά τη διάλυση 1 mol ουσίας σε ορισμένη ποσότητα διαλύτη σε σταθερή θερμοκρασία και πίεση. Όταν η διάλυση της ουσίας γίνει σε μεγάλη ποσότητα διαλύτη (άπειρη αραίωση) η μεταβολή της ενθαλπίας αναφέρεται ως ενθαλπία αραίωσης. Η ενθαλπία διάλυσης μιας ιοντικής ένωσης αντιστοιχεί στη μεταβολή ενθαλπίας της αντίδρασης κατά την οποία παράγονται τα ενυδατωμένα ιόντα της ένωσης από την αντίστοιχη κρυσταλλική δομή των στερεών ιοντικών ενώσεων. Ισούται με την ενέργεια που απαιτείται για τη διάσπαση του κρυσταλλικού πλέγματος και την ενέργεια που απελευθερώνεται κατά την ενυδάτωση των ιόντων. Η διαλυτοποίηση μπορεί να είναι ενδόθερμη ή εξώθερμη (Σχήμα 4).



(α) (β)

Σχήμα 4: Ενθαλπία διάλυσης (α) εξώθερμη και (β) ενδόθερμη.

Η θερμότητα που εκλύεται ή απορροφάται κατά την διάλυση της ουσίας θα μεταφέρεται στον διαλύτη (νερό), οπότε γνωρίζοντας τη μάζα και την ειδική θερμότητα του διαλύτη μετρώντας τη μεταβολή της θερμοκρασίας μπορούμε να υπολογίσουμε τη θερμότητα q και στη συνέχεια το ΔH_{sol}.

$\Delta H = m \cdot c \cdot \Delta T$

$\Delta H_{sol} = \Delta H / n$

n: αριθμός mol

Αντικείμενο της άσκησης είναι ο πειραματικός προσδιορισμός της ενθαλπίας διαλυτοποίησης στερεών.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	*Όργανα - Συσκευές*
• στερεό NaOH	▪ θερμιδόμετρο εμπορικό ή τύπου coffee cup ▪ θερμόμετρο ▪ λύχνος Bunsen ▪ λαβίδα ▪ ποτήρι ζέσεως 100 mL ▪ ογκομετρικός κύλινδρος 50 mL ▪ ζυγός ακρίβειας 0,01 g

1. Τοποθετούνται ακριβώς 50,0 mL απιονισμένο νερό μέσα στο θερμιδόμετρο και καταγράφεται η θερμοκρασία. Θερμομετρούνται κάθε 2-3 λεπτά μέχρις ότου η θερμοκρασία παραμένει σταθερή.
2. Ζυγίζονται περίπου 2 g στερεό υδροξείδιο του νατρίου (NaOH) και σημειώνεται ακριβώς η μάζα.
3. Προστίθεται το στερεό υδροξείδιο του νατρίου στο θερμιδόμετρο αναδεύοντας ήπια και καταγράφεται η θερμοκρασία κάθε 1-2 λεπτά έως ότου παραμένει σταθερή ή ο ρυθμός μεταβολής της είναι σταθερός.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Σχεδιάζεται η γραφική παράσταση της θερμοκρασίας έναντι του χρόνου. Από τη γραφική παράσταση υπολογίζεται η μέγιστη θερμοκρασία του διαλύματος (Όπως στο ερώτημα 1.1).
2. Από τη μάζα του στερεού υδροξειδίου του νατρίου (NaOH) και το Mr της ένωσης υπολογίζεται ο αριθμός των mol.
3. Η θερμότητα που εκλύεται κατά τη διαλυτοποίηση του στερεού απορροφάται από το νερό που περιέχεται στο θερμιδόμετρο καθώς και από το ίδιο το θερμιδόμετρο. Για την ενθαλπία διαλυτοποίησης ισχύει ότι

   $q = -\Delta H$

   $\Delta H = m \cdot c \cdot (T_1 - T_f) + m_{\iota\sigma} \cdot (T_1 - T_f)$,

   διότι $m_{\iota\sigma} \cdot (T_1 - T_f) << m \cdot c \cdot (T_1 - T_f)$ η εξίσωση μπορεί να γραφεί:

   $\Delta H = m \cdot c \cdot (T_1 - T_f)$

$\Delta H_{sol} = \Delta H/n$

Όπου

m: η μάζα του διαλύματος που περιέχεται στο θερμιδόμετρο,

T_1, T_f: η αρχική και η τελική (μέγιστη) θερμοκρασία του διαλύματος

$m_{\iota\sigma}$: η σταθερά του θερμιδομέτρου

(Η T_f προσδιορίζεται από την γραφική παράσταση)

n: αριθμός mol.

4. Να υπολογισθεί η τιμή ενθαλπίας διαλυτοποίησης του NaOH στο νερό.
5. Η θεωρητική τιμή της ενθαλπίας διαλυτοποίησης του NaOH είναι - 44,51 kJ/mol στους 25°C με διαλύτη νερό. Να συγκριθεί η πειραματικά προσδιορισθείσα τιμή με τη θεωρητική και να υπολογιστεί το ποσοστιαίο σφάλμα σύμφωνα με τον τύπο:

$$\text{Ποσοστιαίο σφάλμα} = \frac{|\text{Πειραματική τιμή} - \text{Θεωρητική τιμή}|}{\text{Θεωρητική τιμή}} \cdot 100$$

3. Προσδιορισμός της ενθαλπίας εξουδετέρωσης

Η θερμότητα εξουδετέρωσης διαλύματος οξέος από βάση είναι η θερμότητα που εκλύεται κατά την αντίδραση των υδρογονοκατιόντων με τα υδροξυλιόντα προς σχηματισμό 1 mol νερού και ισούται σταθερά με -57,2 kJ/mol στους 25 °C και πίεση 1 atm (Η εξουδετέρωση είναι εξώθερμη αντίδραση). Η ενθαλπία εξουδετέρωσης ($\Delta H_{\varepsilon\xi}$) ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση που διίστανται πλήρως στα διαλύματά τους είναι ανεξάρτητη από το τύπο του οξέος ή της βάσης. Κατά την εξουδετέρωση ασθενούς οξέος ή βάσεως παρατηρούνται αποκλίσεις από την τιμή αυτή. Οι αποκλίσεις αυτές οφείλονται στην πρόσθετη θερμική συνεισφορά για τη διάσταση των μορίων του οξέος ή της βάσης ($\Delta H_{ιον}$), πχ.

$CH_3COOH + H_2O \leftrightarrow CH_3COO^- + H_3O^+$

$H_3O^+ + OH^- \rightarrow 2\ H_2O$

Η θερμότητα της εξουδετέρωσης προσδιορίζεται σύμφωνα με την εξίσωση

$Q = -\Delta H$

$\Delta H = m \cdot c \cdot \Delta T + m_{\sigma} \cdot \Delta T$

$\Delta H_{αντ} = \Delta H_{ιον} + \Delta H_{\varepsilon\xi}$ $\Delta H_{ιον} = \Delta H_{αντ} - \Delta H_{\varepsilon\xi}$ ή $|\Delta H_{ιον}| = |\Delta H_{\varepsilon\xi}| - |\Delta H_{αντ}|$

Αντικείμενο της άσκησης είναι ο πειραματικός προσδιορισμός της ενθαλπίας εξουδετέρωσης οξέος-βάσεως.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Διάλυμα NaOH 4M • Διάλυμα HCl 4M • Διάλυμα HNO_3 4M • Διάλυμα CH_3COOH 4M	▪ θερμιδόμετρο εμπορικό ή τύπου coffee cup ▪ θερμόμετρο ▪ λύχνος Bunsen ▪ λαβίδα ▪ ποτήρι ζέσεως 100 mL ▪ ογκομετρικός κύλινδρος 50 mL ▪ ζυγός ακρίβειας 0,01 g

1. Ζυγίζεται ποτήρι ζέσεως των 50 mL και καταγράφεται η μάζα του. Στο ποτήρι προστίθενται, με ογκομετρικό κύλινδρο, 25 mL διαλύματος NaOH 4M. Καταγράφεται η συνολική μάζα.
2. Τοποθετείται το διάλυμα της βάσης στο θερμιδόμετρο και καταγράφεται η θερμοκρασία για 2-3 λεπτά έως ότου παραμένει σταθερή.
3. Επαναλαμβάνοντας την πορεία του βήματος (1), ζυγίζονται 25 mL διαλύματος HCl 4M.
4. Προστίθεται το διάλυμα οξέος στο θερμιδόμετρο αναδεύοντας ήπια και καταγράφεται η θερμοκρασία κάθε 1-2 λεπτά έως ότου παραμένει σταθερή ή ο ρυθμός μεταβολής της είναι σταθερός.
5. Καταγράφονται τα δεδομένα στον Πίνακα 1.
6. Επαναλαμβάνεται όλη η διαδικασία (βήματα 1-5) άλλες δύο φορές χρησιμοποιώντας διάλυμα HNO_3 4M την μια φορά και διάλυμα CH_3COOH 4M την άλλη αντί του διαλύματος HCl 4M.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Με τα δεδομένα του Πίνακα 1 σχεδιάζεται, για κάθε οξύ ξεχωριστά, γραφική παράσταση της θερμοκρασίας έναντι του χρόνου. Από την γραφική παράσταση υπολογίζεται η μέγιστη θερμοκρασία του διαλύματος (Όπως στο ερώτημα 1.1).
2. Συμπληρώνονται τα δεδομένα στον Πίνακα 2 και υπολογίζεται το ποσό της θερμότητας καθώς και η γραμμομοριακή ενθαλπία εξουδετέρωσης:

Πίνακας 1: Δεδομένα εξουδετέρωσης οξέος-βάσεως

	Δοκιμή 1	Δοκιμή 2	Δοκιμή 3
	NaOH + HCl	NaOH + HNO_3	NaOH + CH_3COOH
Μάζα NaOH (g)			
Αρχική Θερμοκρασία (°C)			
Μάζα οξέος (g)			
Μοριακότητα διαλύματος NaOH (M)			

Πίνακας 2: Υπολογισμός ενθαλπίας εξουδετέρωσης οξέος-βάσεως.

	Δοκιμή 1	Δοκιμή 2	Δοκιμή 3
	NaOH + HCl	NaOH + HNO_3	NaOH + CH_3COOH
Αρχική θερμοκρασία (°C)			
Μέγιστη θερμοκρασία (°C)			
Μάζα τελικού μίγματος (g)			
Ειδική θερμότητα (J/g·°C)	4,184	4,184	4,184
Θερμότητα (J)			
Αριθμός molH_2O που παράχθηκε (mol)			
Γραμμομοριακή ενθαλπία εξουδετέρωσης, ΔH_n (kJ/molH_2O)			
Μέση τιμή γραμμομοριακής ενθαλπίας εξουδετέρωσης ΔH_n (kJ/molH_2O)			

3) Να υπολογιστεί η μέση τιμή της πειραματικά μετρούμενης ενθαλπίας.
4) Να υπολογιστεί η απόκλιση των μετρούμενων τιμών από τη θεωρητική τιμή των 57,3 kJ/mol, σύμφωνα με τον τύπο

$$\text{Ποσοστιαίο σφάλμα} = \frac{|\text{Πειραματική τιμή} - \text{Θεωρητική τιμή}|}{\text{Θεωρητική τιμή}} \cdot 100$$

Προσδιορισμός θερμότητας εξουδετέρωσης από ισχυρή βάση

Το ποσό της θερμότητας που εκλύεται κατά την αντίδραση εξουδετέρωσης (q) αφενός απορροφάται από το θερμιδόμετρο αφετέρου από το ίδιο το διάλυμα του οξέος και της βάσης. Η θερμότητα αντίδρασης είναι:

$Q = -\Delta H$

$\Delta H = m \cdot c \cdot (T_1 - T_f) + m_{ισ} \cdot (T_1 - T_f)$,

διότι $m_{ισ} \cdot (T_1 - T_f) << m \cdot c \cdot (T_1 - T_f)$ η εξίσωση μπορεί να γραφεί:

$\Delta H = m \cdot c \cdot (T_1 - T_f)$

όπου

m: η μάζα του διαλύματος που περιέχεται στο θερμιδόμετρο,

T_1, T_f : η αρχική και η τελική (μέγιστη) θερμοκρασία του διαλύματος

$m_{ισ}$: η σταθερά του θερμιδομέτρου

(Η T_f προσδιορίζεται από την γραφική παράσταση)

Προσδιορισμός θερμότητας εξουδετερώσεως ασθενούς οξέος από ισχυρή βάση

Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται όπως στην περίπτωση εξουδετερώσεως ισχυρού οξέος από ισχυρή βάση και υπολογίζεται η ενθαλπία της αντιδράσεως $ΔH_r$.

Ακολούθως υπολογίζεται η ενθαλπία ιοντισμού $ΔH_{ιον}$ από την σχέση:

$ΔH_{ιον} = ΔH_r - ΔH_f$

$ΔH_f$: ενθαλπία σχηματισμού του H_2O (που υπολογίσθηκε στο προηγούμενο πείραμα)

4. Προσδιορισμός ειδικής θερμοχωρητικότητας υλικού

Η ειδική θερμοχωρητικότητα (ή ειδική θερμότητα) c ενός σώματος είναι η θερμότητα που πρέπει να απορροφηθεί από ένα γραμμάριο του σώματος για να αυξηθεί η θερμοκρασία του κατά ένα βαθμό. Μονάδα ειδικής θερμότητας είναι: $1 J \cdot K^{-1} \cdot g^{-1}$ ή $1 cal \cdot K^{-1} \cdot g^{-1}$. Προκύπτει ότι $C=m \cdot c$

Αντικείμενο της άσκησης είναι ο πειραματικός προσδιορισμός της ειδικής θερμοχωρητικότητας στερεού σώματος.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Μεταλλικά δοκίμια ή αλουμινόχαρτο	▪ θερμιδόμετρο εμπορικό ή τύπου coffee cup ▪ θερμόμετρο ▪ λύχνος Bunsen ▪ λαβίδα ▪ ποτήρι ζέσεως 100 mL ▪ ογκομετρικός κύλινδρος 50 mL ▪ ζυγός ακρίβειας 0,01 g

1. Χρησιμοποιείται μεταλλικό δοκίμιο ειδικού κράματος ή εναλλακτικά, κατασκευάζεται σφαίρα αλουμινίου από πεπιεσμένο αλουμινόχαρτο.
2. Ζυγίζεται η σφαίρα και καταγράφεται η ακριβής μάζα.
3. Σε ποτήρι ζέσεως τοποθετούνται η μεταλλική σφαίρα και περίπου 100 mL νερού και θερμαίνονται με λύχνο Bunsen μέχρι βρασμού. Καταγράφεται η θερμοκρασία.
4. Τοποθετείται συγκεκριμένη ποσότητα (20-50 mL) κρύου νερού μέσα στο θερμιδόμετρο και καταγράφεται η θερμοκρασία μέχρις ότου σταθεροποιηθεί.
5. Χρησιμοποιώντας λαβίδα μεταφέρεται προσεκτικά και όσο δυνατόν ταχύτερα η μεταλλική σφαίρα στο θερμιδόμετρο.
6. Αναδεύεται ήπια και καταγράφεται η θερμοκρασία κάθε 2 περίπου λεπτά.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

1. Σχεδιάζεται η γραφική παράσταση της θερμοκρασίας έναντι του χρόνου. Από τη γραφική παράσταση υπολογίζεται η μέγιστη θερμοκρασία του διαλύματος (Όπως στο ερώτημα Α1).
2. Υπολογίζεται η ειδική θερμότητα της μεταλλικής σφαίρας (c_m) από την εξίσωση:

   $M_m \cdot c_m \cdot (T_m - T_f) = (c_w \cdot m_w + c_{cal} \cdot m_{cal}) (T_f - T_i)$

   όπου,

   c_m: η ειδική θερμότητα του μετάλλου, M_m: η μάζα του μετάλλου, T_m: η θερμοκρασία του μετάλλου, T_f: η μέγιστη θερμοκρασία του νερού στο θερμιδόμετρο, T_i: η αρχική θερμοκρασία του ψυχρού νερού, c_w: η ειδική θερμότητα του νερού, m_w: η μάζα του ψυχρού νερού, $c_{cal} \cdot m_{cal} = C_{cal}$: η σταθερά του θερμιδομέτρου
3. Να συγκριθεί η τιμή της ειδικής θερμοχωρητικότητας που προκύπτει με τις τιμές αναφοράς στον Πίνακα 3.
4. Να υπολογιστεί η απόκλιση των τιμών και να προταθεί πιθανή εξήγηση.

Πίνακας 3: Ειδική θερμοχωρητικότητα ορισμένων υλικών

Υλικό	**Ειδική θερμοχωρητικότητα (J/g·˚ C) στους 25 ˚ C**
Αλουμίνιο (Al)	0,900
Γραφίτης (C)	0,711
Χρυσός (Au)	0,129
Ξύλο	1,760
Χαλκός	0,385
Τσιμέντο	0,880
Γρανίτης	0,790
Νερό ($H_2O(l)$)	4,184

Βιβλιογραφία

1. Ebbing, D. D., & Gammon, S. D., Γενική Χημεία, μτφ. Ελληνικά Κλούρας Ν., Εκδόσεις ΤΡΑΥΛΟΣ, 6η έκδοση, Αθήνα (2002).
2. Brown T. E., Le May H. E., Bursten B. E., Woodward P., Chemistry the Central Science, 11th edition, Pearson, (2009).
3. CRC Handbook of Chemistry & Physics, CRC Press, 91 edition, New York (2010).
4. Πνευματικάκης Γ., Μητσοπούλου Χ., Μεθενίτης Κ., Βασικές Αρχές Ανόργανης Χημείας, εκδόσεις Αθ. Σταμούλης, 1η έκδοση, Αθήνα (2006).
5. https://www.differencebetween.com/difference-between-solvation-energy-and-vs-lattice-energy/
6. http://wserver.scc.losrios.edu/~nussl/chem401/LABS/Lab%2003%20Thermo.pdf
7. https://www.laguardia.edu/uploadedFiles/Main_Site/Content/Academics/Departments/Natural_Sciences/docs/SCC205-Heat-of-Solution-of-a-Salt.pdf

Παρασκευή αισθητήρων SiO_2 με τεχνική SOL-GEL

Βασική Θεωρία

Ο όρος «sol-gel» αποτελεί την σύμπτυξη του όρου solution-gelation και περιγράφει το σύνολο των απαραίτητων χημικών διεργασιών για την παραγωγή κεραμικών υλικών και γυαλιών, από πρόδρομα στοιχεία ειδικής σύνθεσης.

Συγκεκριμένα, η τεχνική «sol-gel» αποδίδεται στο σύνολο των διεργασιών κατά τις οποίες ένα κολλοειδές διάλυμα (sol) μετατρέπεται, μέσω πολυμερισμού, σε μία άκαμπτη πορώδη μάζα, δηλαδή μία γέλη, ή πήκτωμα (gel). Δηλαδή είναι μία διαδικασία κατά την οποία σχηματίζονται μεγάλα ανόργανα πολυμερή. Ανάλογα με την επιθυμητή σύνθεση του τελικού προϊόντος και τη χρήση για την οποία προορίζεται, υπάρχουν διαφορετικές παραλλαγές ως προς τον τύπο των πρόδρομων ενώσεων, τις επιμέρους χημικές διεργασίες και την τελική φάση συμπύκνωσης.

Ως sol ορίζεται η διασπορά κολλοειδών σωματιδίων (μεγέθους 1 - 100 nm) σε ένα υγρό. Το gel είναι ένα διασυνδεόμενο άκαμπτο δίκτυο που εμπεριέχει πόρους με διαστάσεις μικρότερες της τάξης των μικρομέτρων και πολυμερικές αλυσίδες των οποίων το μέσο μήκος είναι μεγαλύτερο από ένα μικρόμετρο.

Ένα χαρακτηριστικό παράδειγμα διαδικασίας sol-gel είναι η αντίδραση του $Si(OCH_2CH_3)_4$με νερό. Αυτά τα αντιδραστήρια σχηματίζουν ένα διάλυμα μίας φάσης το οποίο περνάει μέσω μίας sol-gel μετάβασης σε ένα άκαμπτο σύστημα δύο φάσεων, το οποίο αποτελείται από ένα στερεό οξείδιο του πυριτίου (SiO_2), στους πόρους του οποίου εμπεριέχεται ο διαλύτης.

Οι αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα κατά τη διαδικασία sol-gel είναι η υδρόλυση και ο πολυμερισμός ενός αλκοξειδίου του πυριτίου. Η υδρόλυση συμβαίνει όταν το $Si(OCH_2CH_3)_4$ και το νερό αναμιχθούν με έναν κατάλληλο διαλύτη (που να διαλύει και τα δύο συστατικά) που συνήθως είναι η αιθανόλη:

$$Si(OCH_2CH_3)_4 + H_2O \rightarrow Si(OCH_2CH_3)_3OH + CH_3CH_2OH$$

Τα ενδιάμεσα προϊόντα που υπάρχουν λόγω της μερικής υδρόλυσης αποτελούνται από μόρια που εμπεριέχουν ομάδες Si-OH, τα οποία ονομάζονται σιλανόλες. Η πλήρης αντίδραση του $Si(OCH_2CH_3)_4$ σε $Si(OH)_4$ θα απέδιδε το πυριτικό οξύ αλλά στην πραγματικότητα δεν υφίσταται πλήρης υδρόλυση. Αντ' αυτού, μπορεί να συμβεί συμπύκνωση μεταξύ δύο σιλανολών ή μίας σιλανόλης και μίας αιθόξυ- ομάδας προς το σχηματισμό ενός γεφυρωμένου οξυγόνου ή μίας ομάδας σιλοξάνης (-Si-O-Si-), με ταυτόχρονη απομάκρυνση μορίων νερού ή αιθανόλης.

Ένα παράδειγμα συμπύκνωσης ανάμεσα σε δύο σιλανόλες με ταυτόχρονη απομάκρυνση νερού είναι το ακόλουθο:

$$Si(OCH_2CH_3)_3OH + Si(OCH_2CH_3)_3OH \rightarrow (CH_3CH_2O)_3SiOSi(OCH_2CH_3)_3 + H_2O$$

Κατόπιν, η υδρόλυση του $(CH_3CH_2O)_3SiOSi(OCH_2CH_3)_3$ θα οδηγήσει για παράδειγμα στον σχηματισμό του $(CH_3CH_2O)_2Si(OH)OSi(OCH_2CH_3)_3$ το οποίο μπορεί να υποστεί στη συνέχεια και άλλον πολυμερισμό κ.ο.κ..

Οι αντιδράσεις υδρόλυσης και πολυμερισμού μπορούν να ξεκινήσουν ταυτόχρονα σε διαφορετικά μόρια $Si(OCH_2CH_3)_4$ και νερού στο διάλυμα καθώς αναμιγνύονται τα δύο κύρια συστατικά του διαλύματος. Όταν ένας επαρκής αριθμός διασυνδεόμενων Si-O-Si δεσμών σχηματίζεται σε μία περιοχή του διαλύματος, τότε οι δεσμοί αλληλοεπιδρούν συνεργατικά σχηματίζοντας κολλοειδή σωματίδια (sol). Με τη πάροδο του χρόνου, τα κολλοειδή σωματίδια και τα συμπυκνωμένα πυρίτια είδη ενώνονται μεταξύ τους σχηματίζοντας ένα δίκτυο τριών διαστάσεων. Στη κατάσταση ζελατινοποίησης (σχηματισμού πηκτώματος), το ιξώδες αυξάνει απότομα, και σαν αποτέλεσμα αυτού του φαινομένου έχουμε τον σχηματισμό ενός πηκτώματος. Το προϊόν αυτής της διαδικασίας κατά τη μετατροπή sol-gel ονομάζεται alcogel. Αφού τελειώσει η μετατροπή sol-gel, τότε ο διαλύτης μπορεί να απομακρυνθεί.

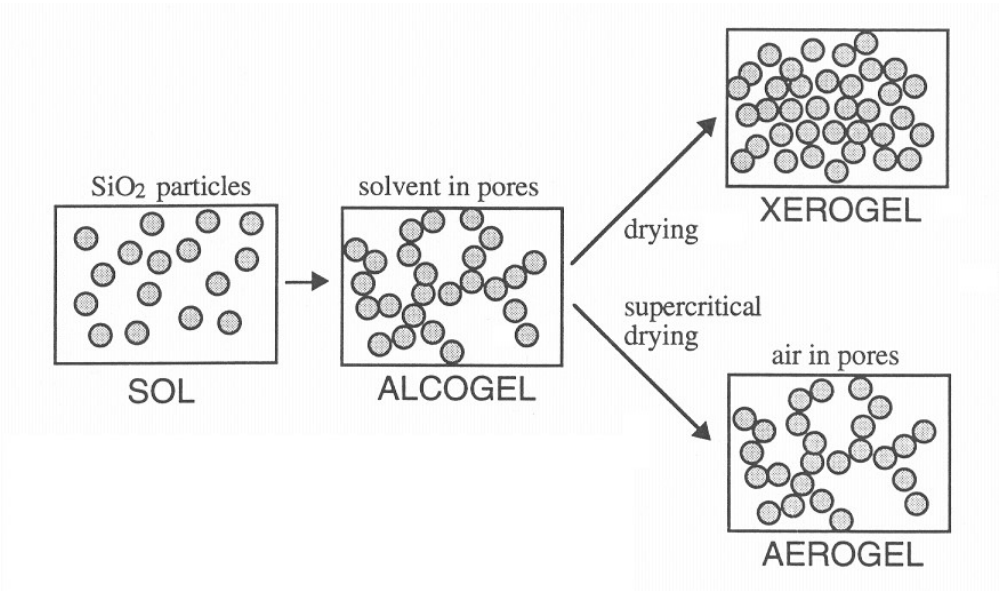
Ανάλογα με τον τρόπο απομάκρυνσης του διαλύτη έχουμε διαφορετικά προϊόντα. Έτσι, αν ο διαλύτης απομακρύνεται με κλασική ξήρανση, όπως για παράδειγμα εξάτμιση, το παραγόμενο προϊόν ονομάζεται xerogel (Σχήμα 1).

Ενώ, αν η απομάκρυνσή του γίνεται με υπερκρίσιμη εκκένωση (χρησιμοποιώντας υψηλή θερμοκρασία και πίεση) τότε το προϊόν ονομάζεται aerogel (Σχήμα 1). Σε αυτήν την περίπτωση το παραγόμενο aerogel έχει πολύ χαμηλή πυκνότητα και πολύ καλές θερμομονωτικές

ιδιότητες, ιδιαίτερα αν τοποθετηθεί ανάμεσα σε πλάκες υάλου και εκκενωθεί.

Τα xerogels είναι πιο πυκνά από τα aerogels, έχουν μεγάλες ειδικές επιφάνειες και είναι συχνά μικροπορώδη. Μπορούν να χρησιμοποιηθούν ως υποστρώματα καταλυτών, ως ιονικοί αγωγοί (εάν τους γίνει εισαγωγή κατάλληλων προσμίξεων) και ως πρόδρομοι για ένα μεγάλο φάσμα γυαλιών, κεραμικών, επιστρωμάτων, φιλμ και ινών, ανάλογα με τον τρόπο παρασκευής.

Είναι προφανές ότι οι αντιδράσεις υδρόλυσης και συμπύκνωσης ασφαλώς και δεν περιορίζονται μόνο στα αλκοξείδια του πυριτίου, αλλά εφαρμόζονται και σε αλκοξείδια άλλων μετάλλων, με συνέπεια η μέθοδος sol-gelva χρησιμοποιείται ευρέως για τη σύνθεση και παραγωγή μονοφασικών αλλά και πιο σύνθετων προηγμένων κεραμικών, υψηλής καθαρότητας οξειδίων (κυρίως Si, Al και Ti) και πολυφασικών μιγμάτων οξειδίων, όπως υπεραγωγών, καθώς επίσης ινών και επιστρωμάτων σε οπτικούς δίσκους μνήμης.



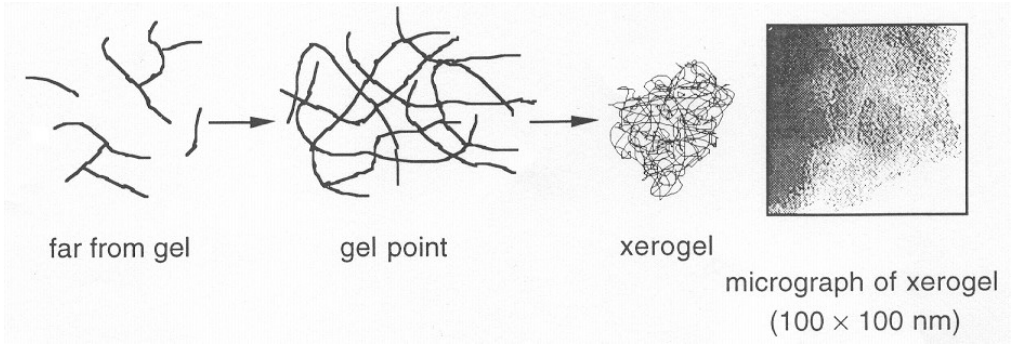
Σχήμα 1: Σχηματισμός alcogels, xerogels και aerogels.

Αντίδραση όξινης κατάλυσης

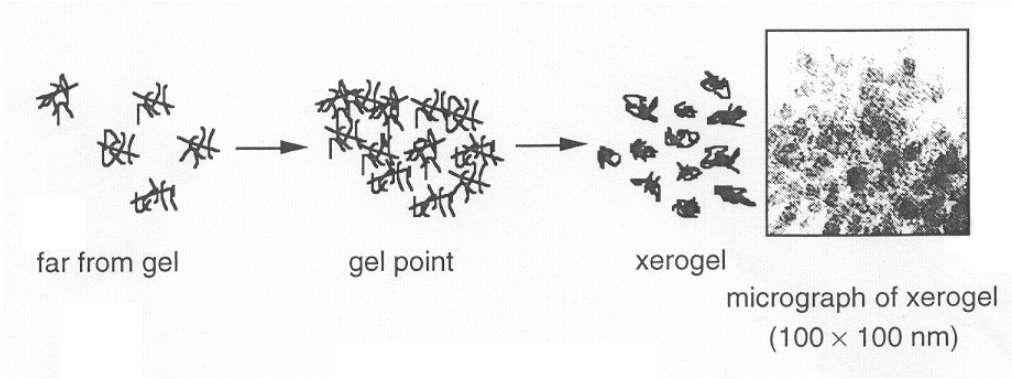
Σε χαμηλές τιμές pH, όπου υφίσταται αργή υδρόλυση, τα οξείδια του πυριτίου τείνουν να σχηματίσουν γραμμικά μόρια τα οποία συνήθως παρουσιάζουν χαμηλό βαθμό διασταυρούμενης σύνδεσης μεταξύ των διαφορετικών σχηματιζόμενων αλυσίδων. Οι αλυσίδες καθώς σχηματίζονται μπλέκουν αναμεταξύ τους και δημιουργούν πρόσθετους κλάδους με συνέπεια το σχηματισμό πηκτώματος (Σχήμα 2).

Αντίδραση βασικής κατάλυσης

Σε υψηλές τιμές pH, όπου κυριαρχούν συνθήκες που ευνοούν γρήγορη υδρόλυση, τα οξείδια του πυριτίου σχηματίζουν διακλαδισμένες μορφές συμπλεγμάτων που δεν αλληλοεπιδρούν πριν από την ξήρανση και συμπεριφέρονται έτσι ως απομονωμένα είδη. Κατά την ξήρανση αρχίζει να γίνεται η σύνδεση των διαφορετικών συμπλεγμάτων με συνέπεια τον σχηματισμό πηκτώματος (Σχήμα 3).



Σχήμα 2: Αναπαράσταση ζελατινοποίησης κάτω από όξινες συνθήκες.



Σχήμα 3: Αναπαράσταση ζελατινοποίησης κάτω από βασικές συνθήκες.

Αντικείμενο της παρούσας εργαστηριακής άσκησης είναι η sol-gel παρασκευή οξειδίου του πυριτίου μέσω της βασικής και της όξινης υδρόλυσης του αλκοξειδίου του πυριτίου, καθώς και η παρασκευή ενός αισθητήρα υγρασίας με τη χρήση του παραγόμενου προϊόντος.

Πειραματική διαδικασία

Αντιδραστήρια-Υλικά	***Όργανα - Συσκευές***
• Απόλυτη αιθανόλη • $Si(OCH_2CH_3)_4$ • Απιονισμένο H_2O • HCl con • NH_3 aq • $CoCl_2 \cdot 6H_2O$	▪ Σιφώνια μέτρησης ▪ Ογκομετρικοί κύλινδροι ▪ Ποτήρια ζέσεως ▪ Σπαθίδα ▪ Πεχαμετρικό χαρτί ▪ Μαγνητικοί αναδευτήρες ▪ Πλάκες ανάδευσης ▪ Τρυβλία Petri ▪ Πυριατήριο

Στην άσκηση θα ακολουθηθούν δύο διαφορετικές πειραματικές συνθήκες. Πιο αναλυτικά, θα γίνει όξινη και βασική υδρόλυση του αλκοξειδίου του πυριτίου. Γι' αυτό τον λόγο θα γίνουν δύο παράλληλα πειράματα.

1. Με τη βοήθεια σιφωνίου μέτρησης ή ογκομετρικού κυλίνδρου παραλαμβάνονται ίσες ποσότητες απόλυτης αιθανόλης (15,5 mL) και προστίθενται σε δύο ποτήρια ζέσεως που εμπεριέχουν μαγνητικούς αναδευτήρες.
2. Με τη βοήθεια σιφωνίου μέτρησης ή ογκομετρικού κυλίνδρου παραλαμβάνονται ίσες ποσότητες $Si(OCH_2CH_3)_4$ (15 mL) και προστίθενται σε κάθε ένα από τα ποτήρια ζέσης που περιέχουν την αιθανόλη.
3. <u>*Αντίδραση όξινης κατάλυσης*</u>: 19 mL απιονισμένου νερού αναμιγνύονται με 2-3 σταγόνες πυκνού HCl και το όλο μίγμα προστίθεται σε ένα από τα δύο ποτήρια ζέσης και ακολουθεί ανάδευση. Ελέγχεται το pH του διαλύματος με πεχαμετρικό χαρτί, το οποίο θα πρέπει να είναι περίπου 3 και, αν χρειαστεί, το pH ρυθμίζεται σε 3 προσθέτοντας σταγόνες οξέος.
4. <u>*Αντίδραση βασικής κατάλυσης*</u>: 19 mL απιονισμένου νερού αναμιγνύονται με 8-10 σταγόνες πυκνού υδατικού διαλύματος NH_3 και το όλο μίγμα προστίθεται στο δεύτερο ποτήρι ζέσης και ακολουθεί

ανάδευση. Ελέγχεται το pH του διαλύματος με πεχαμετρικό χαρτί, το οποίο θα πρέπει να είναι περίπου 10 και, αν χρειαστεί, το pH ρυθμίζεται σε 10 προσθέτοντας σταγόνες βάσεως.

5. <u>*Σχηματισμός Sol-Gel*</u>: Τα δύο τελικά μίγματα των βημάτων 3 και 4 αναδεύονται για 30 min.
6. Μία ποσότητα από το τελικό διάλυμα της όξινης κατάλυσης προστίθεται σε ένα τρυβλίο Petri μέχρι ύψους περίπου 3 mm και αφήνεται μέσα σε έναν απαγωγό να εξατμιστεί αργά σε θερμοκρασία δωματίου για μία βδομάδα.
7. Μία ποσότητα από το τελικό διάλυμα της βασικής κατάλυσης προστίθεται σε ένα τρυβλίο Petri μέχρι ύψους περίπου 5 mm και αφήνεται μέσα σε έναν απαγωγό να εξατμιστεί αργά σε θερμοκρασία δωματίου για μία βδομάδα.
8. <u>*Παρασκευή αισθητήρα υγρασίας*</u>:Στην υπόλοιπη ποσότητα από το τελικό διάλυμα της όξινης κατάλυσης προστίθεται μικρή ποσότητα (λίγοι κόκκοι) $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, αναδεύεται καλά και στη συνέχεια, το όλο μίγμα προστίθεται σε ένα νέο τρυβλίο Petri και αφήνεται μέσα σε απαγωγό να εξατμιστεί αργά σε θερμοκρασία δωματίου για μία βδομάδα. Μετά την πλήρη εξάτμιση, μέρος του παραγόμενου προϊόντος τοποθετείται για ξήρανση στο πυριατήριο.

Ανάλυση αποτελεσμάτων

Μετά την ξήρανση καταγράφονται οι τυχόν μεταβολές και συγκρίνονται οι συμπεριφορές των προϊόντων όξινης και βασικής κατάλυσης στα δύο τρυβλία Petri.

Μικρές ποσότητες από τα δύο προηγούμενα προϊόντα κονιοποιούνται. Τι συμπεράσματα μπορούν να εξαχθούν για τη συνεκτικότητα (ανθεκτικότητα) των υλικών αυτών;

Καταγράφονται και αιτιολογούνται οι μεταβολές μεταξύ των δύο ποσοτήτων του αισθητήρα υγρασίας μετά την ξήρανση στον απαγωγό και το πυριατήριο.

Ερωτήσεις

1. Να υπολογιστεί η αναλογία των moles των $Si(OCH_2CH_3)_4$, CH_3CH_2OH και H_2O για τις ποσότητες που χρησιμοποιήθηκαν στο πείραμα.

[Δίνονται οι πυκνότητες του $Si(OCH_2CH_3)_4$ και της αιθανόλης, 0,936 g/mL και 0,789 g/mL, αντίστοιχα.]

2. Να γραφεί η αντίδραση της πλήρους υδρόλυσης του $Si(OCH_2CH_3)_4$ με το H_2O.
3. Από τα πειράματα που έγιναν, τι συμπεράσματα μπορούν να βγουν για το πορώδες των δύο xerogels;
4. Πώς μπορούν να χρησιμοποιηθούν οι αισθητήρες υγρασίας που παρασκευάστηκαν;

Βιβλιογραφία

1. J.D. Wright, N.A.J.M. Sommerdijk, Sol-Gel Materials Chemistry and Applications, Advanced Chemistry Texts, CRS PRESS, Vol.4, 2001.
2. Θ.Π. Χατζηιωάννου, Ποιοτική Ανάλυση και Χημική Ισορροπία, Αθήνα 1989.
3. A.M. Buckley, J. Greenblatt,J. Chem. Educ., Vol 71, No 7,pp 599-602, 1994.
4. J.B. Laughlin, J.L. Sarquis, V.M. Jines, J.A. Cox, J. Chem. Educ., Vol 77, No 1,pp 77-79, 2000.
5. A. Celzard, J.F. Mareche, J. Chem. Educ.,, Vol 79, No 7,pp 854-859, 2002.
6. C. Rottman, M. Ottolenghi, R. Zusman, O. Lev, M. Smith, G. Gong, M.L. Kagan, D. Avnir, Mater. Lett., vol 13, No 6,pp 293-298, 1992.
7. R. Zusman, C. Rottman, M. Ottolenghi, D. Avnir, J. Non-Cryst. Solids, Vol 122, pp 107-109, 1990.
8. F. Neville, A.M. Zin, G.J. Jameson, E. Wanless, J. Chem. Educ., Vol 89, pp 940-942, 2012.
9. W. Lati, D. Triampo, S. Yodyingyong, J. Chem. Educ., Vol 96, pp 1109-116, 2019.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Α: ΒΑΣΙΚΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΣΥΣΚΕΥΕΣ

Ο εξοπλισμός του χημικού εργαστηρίου περιλαμβάνει τα βασικά υάλινα και μεταλλικά σκεύη που απαιτούνται για σταθμικούς και ογκομετρικούς προσδιορισμούς, όργανα μέτρησης μάζας, συσκευές πρόσδοσης θερμότητας και μείωσης μεγέθους υλικών καθώς και πολύπλοκες διατάξεις διαχωρισμού ουσιών.

Στο παρόν παράρτημα επιδιώκεται:

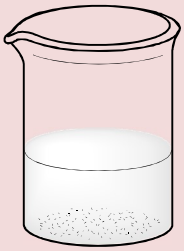
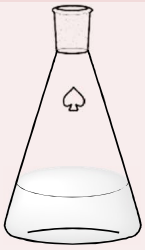
- η περιγραφή των βασικών εργαστηριακών σκευών
- η περιγραφή των διατάξεων μέτρησης
- η εξοικείωση με τις διατάξεις και τα όργανα
- η επιλογή των κατάλληλων σκευών ανά περίπτωση

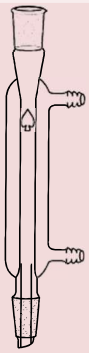
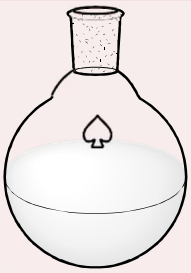
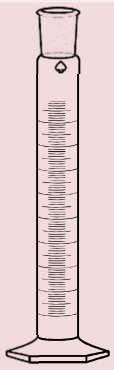
Εργαστηριακά σκεύη

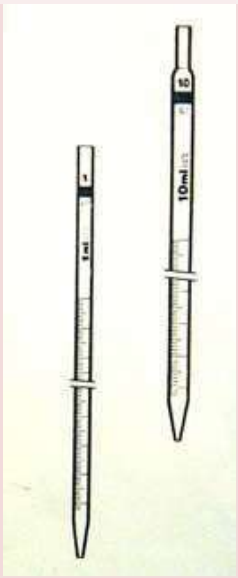
Το κύριο υλικό από το οποίο κατασκευάζονται τα εργαστηριακά σκεύη είναι το γυαλί. Ειδικότερα σε περίπτωση πειραμάτων που απαιτούν θέρμανση τότε γίνεται χρήση σκευών από γυαλί Pyrex (βοριοπυριτικό γυαλί με σημείο μαλάκυνσης τους 620 ^{o}C) και από χαλαζία.
Ο χαλαζίας είναι υλικό ανθεκτικότερο σε υψηλότερες θερμοκρασίες, μέχρι 1400 ^{o}C (σημείο μαλάκυνσης στους 1650 ^{o}C) λόγω του μικρού συντελεστή διαστολής του. Σε περιπτώσεις όπου απαιτείται θέρμανση για μεγάλο χρονικό διάστημα και μέχρι 1000 ^{o}C χρησιμοποιείται πορσελάνη, η οποία παρουσιάζει αντοχή στη διάβρωση από αλκαλικά διαλύματα.
Η πλατίνα, με σημείο τήξης τους 1733 ^{o}C, είναι ανθεκτική στα περισσότερα αντιδραστήρια συμπεριλαμβανομένου και του HF.
Επίσης, χρησιμοποιούνται ο ανοξείδωτος χάλυβας και το πολυαιθυλένιο μέσης (LDPA) και υψηλής (HDPA) πυκνότητας (μέγιστη θερμοκρασία χρήσης 115 ^{o}C). Ο εργαστηριακός εξοπλισμός συμπληρώνεται από σιδερένια σκεύη όπως στηρίγματα, σφικτήρες, διπλοί κοχλίες, και συνδετήρες καθώς και συσκευές όπως λύχνοι Bunsen και Teclu, ζυγός, υδατόλουτρο και φυγόκεντρος.

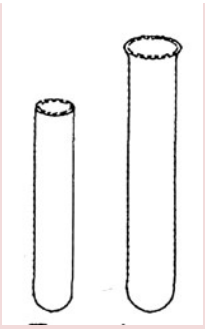
i. Γυάλινα σκεύη

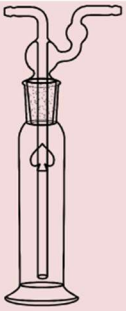
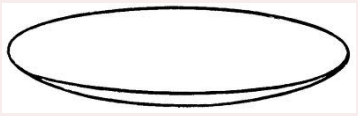
Ανάλογα με την ακρίβεια που απαιτείται χρησιμοποιούνται και τα αντίστοιχα σκεύη. Οι κωνικές φιάλες, τα ποτήρια ζέσεως και οι ογκομετρικοί κύλινδροι έχουν μικρή σχετικά ακρίβεια ενώ, για ακριβή μέτρηση του όγκου χρησιμοποιούνται τα σιφώνια πληρώσεως και μέτρησης, οι προχοϊΐδες και οι ογκομετρικές φιάλες.

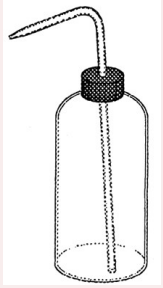
Ονομασία	Σχήμα	Παρατηρήσεις
Ποτήρι ζέσεως		Κύριο ή βοηθητικό όργανο σε εργαστηριακές τεχνικές όπως διηθήσεις, αντιδράσεις κ.λ.π.
Κωνική φιάλη		Κύριο ή βοηθητικό όργανο σε διάφορες εφαρμογές όπως ογκο-μετρήσεις, διηθήσεις κ.λ.π.
Ογκομετρική φιάλη		Χρησιμοποιείται για την παρασκευή διαλυμάτων δεδομένης συγκέντρωσης. Ο όγκος μετρείται με μεγάλη ακρίβεια

Διαχωριστική χοάνη		Διαχωρισμός με τη βοήθεια δύο μη αναμίξιμων υγρών φάσεων (εκχύλιση)
Ψυκτήρας		Χρησιμοποιείται για την συμπύκνωση των ατμών στην απόσταξη
Σφαιρική φιάλη		Χρησιμοποιείται κυρίως στις αντιδράσεις
Ογκομετρικός κύλινδρος		Χρησιμοποιείται για τη μέτρηση όγκου

Σιφώνιο πληρώσεως		Χρησιμοποιείται για την μετάγγιση συγκεκριμένου όγκου υγρών
Σιφώνιο μετρήσεως		Χρησιμοποιείται για την μετάγγιση ορισμένου όγκου υγρών
Προχοΐδα		Χρησιμοποιείται στους ογκομετρικούς προσδιορισμούς

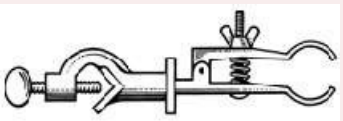
Δοκιμαστικός σωλήνας		Χρησιμοποιείται για την τοποθέτηση, ανάμιξη ή θέρμανση μικρών ποσοτήτων στερεών ή υγρών ουσιών
Χωνί κοινό ή ταχείας διηθήσεως		Χρησιμοποιείται κυρίως για διήθηση
Πληρωτής σιφωνίων (πουάρ τριών βαλβίδων)		Προσαρμόζεται στα σιφώνια για την ανα-ρρόφηση και απόθεση διαφόρων υγρών.
Θερμόμετρο		Χρησιμοποιείται για τη μέτρηση θερμοκρασίας

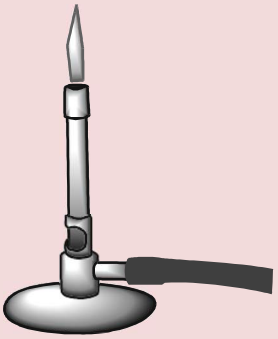
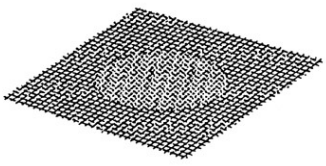
Πλυντρίδα		Βοηθητικό όργανο για την ένδειξη παροχής αερίου
Χωνί Gooch		Χωνί από γυαλί με πορώδη πυθμένα από γυαλί για διήθηση
Κωνική φιάλη κενού		Χρησιμοποιείται για τη διήθηση υπό κενό
Ύαλος ωρολογίου		Χρησιμοποιείται κυρίως για τη κάλυψη ποτηριών ζέσεως, για την μεταφορά στερεών ουσιών καθώς και για την ξήρανση ουσιών σε πυριατήριο
Πώμα		Χρησιμοποιείται για τονπωματισμό σκευών

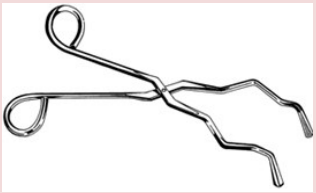
Υδροβολέας		Χρησιμοποιείται για την προσθήκη απιονισμένου νερού και για το ξέπλυμα σκευών

ii. Σιδερένια σκεύη

Στην κατηγορία αυτή περιλαμβάνονται σιδερένια στηρίγματα, σφικτήρες, κοχλίες, λαβίδες και γενικότερα σκεύη που χρησιμοποιούνται για την κατασκευή και στήριξη συσκευών καθώς και για την θέρμανση σκευών.

Ονομασία	Σχήμα	Παρατηρήσεις
Σιδερένιο στήριγμα		Βοηθητικό για την στήριξη άλλων οργάνων
Σιδερένιος σφικτήρας		Βοηθητικό για την στήριξη άλλων οργάνων
Διπλός κοχλίας		Βοηθητικό για την στήριξη άλλων οργάνων

Έχμα προχοϊδων		Βοηθητικό για την στήριξη προχοϊδων
Λύχνος Bunsen		Εργαστηριακός λύχνος πού λειτουργεί με κοινό οικιακό υγραέριο και δημιουργεί φλόγα θερμοκρασίας 1300°C
Μεταλλικός δακτύλιος		Βοηθητικό για την στήριξη άλλων οργάνων και για τη στήριξη κοινού χωνιού για διήθηση
Τρίγωνο πορσελάνης		Βοηθητικό για την πύρωση χωνευτηρίου με λύχνο
Πυρίμαχο πλέγμα		Βοηθητικό για την κατασκευή διάταξης θέρμανσης

Πυρολαβίδα		Χρησιμοποιείται για την μεταφορά θερμών σκευών
Ξύλινη λαβίδα		Χρησιμοποιείται για την μεταφορά θερμών σκευών και δοκιμαστικών σωλήνων
Σπαθίδα		Χρησιμοποιείται για την μεταφορά στερεών κατά την ζύγιση
Λαβίδα		Χρησιμοποιείται κυρίως για την μεταφορά ηθμών

iii. Πορσελάνινα σκεύη

Ονομασία	Σχήμα	Παρατηρήσεις
Χωνευτήριο πορσελάνης με πώμα		Χρησιμοποιείται για την πύρωση υλικών είτε με καυστήρα είτε με ηλεκτρική κάμινο
Ιγδίο και Ύπερος (Γουδί και γουδοχέρι)		Χρησιμοποιείται για την λειοτρίβιση υλικών
Κάψα		Χρησιμοποιείται για την θέρμανση ή εξάτμιση μέχρι ξηρού ή συμπύκνωση διαλυμάτων με τη βοήθεια ατμόλουτρου, ελαιόλουτρου ή αμμόλουτρου

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Β: ΟΞΕΑ ΚΑΙ ΒΑΣΕΙΣ

ΟΞΕΑ

Οξύ	Μοριακότητα	Περιεκτικότητα (% w/w)	Πυκνότητα (g/mL)	Αραίωση σε 1M
Οξικό οξύ (CH_3COOH) MB = 60,05 g/mol	17,4M	99 %	1,05	58 mL/L
Υδροχλωρικό οξύ (HCl) MB = 36,46 g/mol	11,6M	36%	1,18	86 mL/L
Νιτρικό οξύ (HNO_3) MB = 63,01 g/mol	16,4M	69%	1,42	61 mL/L
Θειικόοξύ (H_2SO_4) MB = 98,07 g/mol	17,6M 36N	95%	1,84	1M: 56 mL/L 1N: 28 mL/L
Υδροβρωμικό οξύ (HBr) MB = 80,91 g/mol	9 N	48%	1,49	111 mL / L
Υδροφθορικό οξύ (HF) MB = 20,01 g/mol	27M	48%	1,29	37 mL / L

Υπερχλωρικό οξύ ($HClO_4$) ΜΒ= 100,46 g/mol	11,7M 9,5M	70% 61%	1,71 1,66	85,5 mL / L 106 mL / L

ΒΑΣΕΙΣ

Οξύ	**Μοριακότητα**	**Περιεκτικότητα (% w/w)**	**Πυκνότητα (g/mL)**	**Αραίωση σε 1Μ**
Αμμωνία (NH_4OH) ΜΒ = 35,05 g/mol	14,5M	28%	0,88	69,0 mL/ L
Υδροξείδιο του Νατρίου (NaOH) ΜΒ = 40 g/mol	19,4M	50%	1,54	51,5 mL/ L
Υδροξείδιο του Καλίου (KOH) ΜΒ = 56,12 g/mol	11,7M	45%	1,46	85,5 mL/ L

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Γ: ΑΣΦΑΛΕΙΑ ΚΑΙ ΥΓΕΙΑ ΣΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ

Εισαγωγή

Το χημικό εργαστήριο είναι ένα περιβάλλον στο οποίο εμπεριέχεται ο κίνδυνος πρόκλησης σωματικής βλάβης ή υλικής ζημιάς λόγω της χρήσης επικίνδυνων χημικών ουσιών ή συνθηκών κατά την εκτέλεση μιας εργασίας. Γι αυτό το λόγο θα πρέπει να δίνεται ιδιαίτερη προσοχή κατά την διάρκεια παραμονής στον εργαστηριακό χώρο και την διεξαγωγή των διαφόρων πειραμάτων. Ακολουθούν βασικοί κανόνες ασφάλειας και καλής εργαστηριακής πρακτικής, προκειμένου να μειωθεί στο ελάχιστο η πιθανότητα πρόκλησης ατυχήματος στο Χημικό Εργαστήριο (ΧΕ). Η τήρησή τους είναι απαραίτητη και υποχρεωτική.

Ορισμοί

- *Ασφάλεια (safety),* στο χώρο εργασίας, θεωρείται η προφύλαξη από οποιονδήποτε κίνδυνο τραυματισμού ή βλάβης ενός αποδέκτη, λόγω έκθεσής του σε κάποιο βλαπτικό παράγοντα.

Η ασφάλεια στο ΧΕ αφορά τον κάθε έναν ξεχωριστά που βρίσκεται στο Εργαστήριο, ως προς το άτομό του, ως προς τους γύρω του, ως προς τις υποδομές του εργαστηρίου και ως προς το περιβάλλον.

- *Υγεία (health)* είναι η πρόληψη, διάγνωση και θεραπεία επαγγελματικών ασθενειών λόγω μακροχρόνιας έκθεσης σε επικίνδυνους παράγοντες ή άμεσης δράσης ισχυρών τοξικών ουσιών.

- *Υγειϊνή (hygiene)* αφορά σε κανόνες καθαριότητας, αποφυγής μολύνσεων κλπ.

- *Χημικός παράγοντας (chemical stressor)* ορίζεται κάθε χημικό στοιχείο ή ένωση, ελεύθερο ή σε πρόσμειξη, όπως υπάρχει σε φυσική κατάσταση ή όπως παράγεται, χρησιμοποιείται ή απελευθερώνεται, μέσω οποιασδήποτε εργασιακής δραστηριότητας, είτε παράγεται σκοπίμως-είτε όχι και είτε διατίθεται στο εμπόριο, είτε όχι.

Οι χημικοί παράγοντες μπορεί να βρίσκονται στις παρακάτω φυσικές καταστάσεις:

- Αέρια (μόνιμα αέρια, ατμοί πτητικών ενώσεων)
- Υγρά
- Στερεά (σκόνη, ίνες)
- Αερολύματα (καπνός, αερολύματα αφρού και ψεκασμού)

• *Επικίνδυνες ουσίες (Hazardous Compounds)* κάθε υγρό, αέριο ή στερεό που θέτει σε κίνδυνο την υγεία ή την ασφάλεια των εργαζομένων.

• *Αποδέκτης (receptor),* ορίζεται οποιαδήποτε ομάδα/σύστημα μπορεί κινδυνεύει, όπως είναι ο άνθρωπος, το περιβάλλον ή οι υποδομές, λόγω έκθεσης σε έναν βλαπτικό παράγοντα.

• *Κίνδυνος ή πηγή κινδύνου (Hazard),* ορίζεται οποιαδήποτε πηγή μπορεί δυνητικά να προκαλέσει βλάβη, π.χ., τοξικά χημικά αντιδραστήρια, θερμές επιφάνειες σε εργαστηριακό εξοπλισμό κ.ά.

• *Επικινδυνότητα ή Διακινδύνευση (Risk),* είναι η πιθανότητα (probability) να υποστεί κάποιος αποδέκτης δυσμενείς επιπτώσεις, λόγω έκθεσής του σε κάποιο κίνδυνο (hazard).

• *Έκτακτη κατάσταση (Emergency)* θεωρείται μια κατάσταση που θέτει άμεσα σε κίνδυνο την υγεία ή τη ζωή ενός ανθρώπου, τις υποδομές-περιουσίες, ή το περιβάλλον.

Ειδικότερα, στο ΧΕ μπορούν να συμβούν οι ακόλουθες έκτακτες καταστάσεις:

- Πυρκαγιά
- Έκρηξη που οφείλεται σε χημική αντίδραση, ή σε ανεξέλεγκτη εκτόνωση φιάλης αερίων υπό πίεση, ή σε δυσλειτουργία εξοπλισμού υπό συνθήκες χαμηλής ή υψηλής πίεσης (αστοχία υλικού)
- Διασπορά χημικού σε αέρια φάση, π.χ. διαρροή αερίου από φιάλη, έκλυση ατμών διαλύτη, κλπ., ή σε υγρή φάση, π.χ. λόγω θραύσης ή ρωγμής της συσκευασίας.
- Σεισμός
- Πλημμύρα

! Με την εφαρμογή των πρακτικών υγείας και ασφάλειας επιδιώκεται ο περιορισμός της επικινδυνότητας.

Κατηγορίες Κινδύνων

- ***Κίνδυνοι από χημικούς παράγοντες***

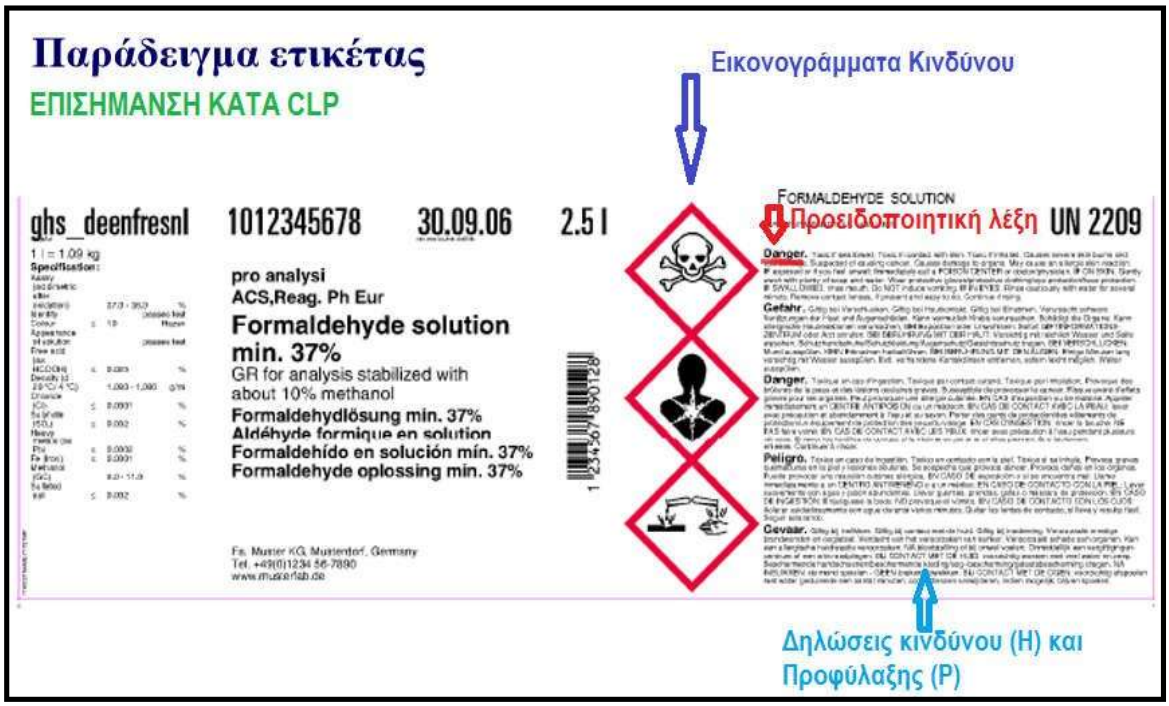
Σύμφωνα με τον Ευρωπαϊκό κανονισμό με αρ. 1272/2008, που είναι γνωστός και ως κανονισμός CLP, οι κίνδυνοι από χημικούς παράγοντες ταξινομούνται ως: Κίνδυνοι για την Υγεία, Κίνδυνοι για το Περιβάλλον και Φυσικοί Κίνδυνοι.

Ο Κανονισμός CLP, καθορίζει τα κριτήρια για την Ταξινόμηση (Classification), Επισήμανση (Labelling) και Συσκευασία (Packaging) των επικίνδυνων χημικών ουσιών και των χημικών μιγμάτων.

Πληροφορίες για τις επικίνδυνες ουσίες μπορούμε να πάρουμε από τις ετικέτες των συσκευασιών και τα δελτία δεδομένων ασφαλείας (Safety Data Sheet-SDS):

- *Στην ετικέτα της συσκευασίας* κάθε χημικής ουσίας αναγράφονται οι ακόλουθες πληροφορίες που αφορούν στην επικινδυνότητά της: Εικονογράμματα Κινδύνου (Pictograms), Προειδοποιητική λέξη (NA/ Warning/ Danger), Δηλώσεις επικινδυνότητας (H-Statements), Δηλώσεις Προφύλαξης (P-Statements).

Στη συνέχεια παρατίθεται ένα παράδειγμα ετικέτας κατά CLP για την φορμαλδεΰδη.



Εικόνα 1.Παράδειγμα Ετικέτας κατά CLP για δ/μα φορμαλδεΰδης

- *Προειδοποιητική λέξη: Κίνδυνος (Danger)*
- *Δηλώσεις Επικινδυνότητας Η (ενδεικτικά):*

H226 – Εύφλεκτο σε υγρή και αέρια φάση

H318 – Προκαλεί σοβαρή βλάβη στους οφθαλμούς

H331 – Τοξικό όταν εισπνέεται

H401 – Τοξικό για το υδάτινο περιβάλλον

- *Δηλώσεις προφύλαξης Ρ (ενδεικτικά):*

P201 – Πάρε συγκεκριμένες οδηγίες πριν από τη χρήση

P210 – Μακριά από θερμότητα, σπίθα, φλόγα ή θερμές επιφάνειες

P260 – Μη εισπνέεις ατμούς ή σταγονίδια της ουσίας

P270 –Μην τρως, πίνεις ή καπνίζεις όταν χρησιμοποιείς την ουσία αυτή

- *Τα Δελτία Δεδομένων Ασφαλείας (SDS) των χημικών ουσιών* έχουν τυποποιημένη δομή και απαρτίζονται συνολικά από 16 ενότητες. Για τις ανάγκες των εκπαιδευτικών εργαστηρίων οι φοιτητές αρκεί να ενημερώνονται από την Ενότητα 2 (Προσδιορισμός επικινδυνότητας- Hazard Identification).

Στην Εικόνα 2 δίνεται ένα απόσπασμα από το Δελτίο Δεδομένων ασφάλειας της Φορμαλδεΰδης.



SIGMA-ALDRICH sigma-aldrich.com

ΔΕΛΤΙΟ ΔΕΔΟΜΕΝΩΝ ΑΣΦΑΛΕΙΑΣ

σύμφωνα με τον Κανονισμό (ΕΚ) αριθμ. 1907/2006
Έκδοση 8.6 Ημερομηνία Αναθεώρησης 26.07.2018
Ημερομηνία εκτύπωσης 04.09.2018

ΤΜΗΜΑ 1: Αναγνωριστικός κωδικός ουσίας/μείγματος και εταιρείας/επιχείρησης

1.1 Αναγνωριστικοί κωδικοί προϊόντος

Ονομασία προϊόντος : Formaldehyde solution, 36.5-38%

Προϊόν # : F8775
Μάρκα : Sigma
Αριθμός καταλόγου : 605-001-00-5
Αριθμ. REACH : Ένας αριθμός καταχώρησης δεν είναι διαθέσιμος για αυτήν την ουσία, καθώς η ουσία ή οι χρήσεις της εξαιρούνται από την καταχώρηση. Η ετήσια ποσότητα δεν απαιτεί καταχώρηση ή η καταχώρηση προβλέπεται για κάποια μεταγενεστερη προθεσμία.
CAS-Αριθ. : 50-00-0

1.2 Συναφείς προσδιοριζόμενες χρήσεις της ουσίας ή του μείγματος και αντενδεικνυόμενες χρήσεις

Προσδιοριζόμενες χρήσεις : Χημικές ουσίες εργαστηρίου, Μεταποίηση ουσιών

1.3 Στοιχεία του προμηθευτή του δελτίου δεδομένων ασφαλείας

Εταιρεία : Sigma-Aldrich One Man Ltd.
72 Argonafton Street
GR-16346 ILIOUPOLI, ATHENS

Τηλέφωνο : +30 210-994-8010
FAX : +30 210-994-3831
Ηλεκτρονική διεύθυνση : eurtechserv@sial.com

1.4 Αριθμός τηλεφώνου επείγουσας ανάγκης

Αριθμός τηλεφώνου σε έκτακτη ανάγκη +30-211-176-8478 (CHEMTREC)

ΤΜΗΜΑ 2: Προσδιορισμός επικινδυνότητας

2.1 Ταξινόμηση της ουσίας ή του μείγματος

Ταξινόμηση σύμφωνα με τον κανονισμό (EC) αριθ 1272/2008
Εύφλεκτα υγρά (Κατηγορία 3), H226
Οξεία τοξικότητα, Από στόματος (Κατηγορία 3), H301
Οξεία τοξικότητα, Εισπνοή (Κατηγορία 3), H331
Οξεία τοξικότητα, Δέρμα (Κατηγορία 3), H311
Διάβρωση του δέρματος (Υποκατηγορία 1B), H314
Σοβαρή οφθαλμική βλάβη (Κατηγορία 1), H318

Εικόνα 2. Απόσπασμα από το Δελτίο Δεδομένων Ασφαλείας της Φορμαλδεΰδης (Πηγή: Sigma-Aldrich: http://www.sigmaaldrich.com/

Σε κάθε εργαστήριο υπάρχει αναρτημένος πίνακας με τα ειδικά σήματα κινδύνου και μέτρων προστασίας που πρέπει να λαμβάνονται για κάθε χημική ουσία, τα οποία αναγράφονται και στις ετικέτες των δοχείων. Οι κυριότερες κατηγορίες επικίνδυνων ουσιών παρατίθενται παρακάτω:

- *Ερεθιστικές ουσίες (Irritants) (Σήμανση κατά CLP: «θαυμαστικό»)*

Οι πιο πολλές χημικές ουσίες μπορεί να προκαλέσουν ερεθισμό στο δέρμα και σε ζωτικά όργανα όπως οι πνεύμονες. Να αποφεύγεται η εισπνοή χημικών ουσιών (ατμοί ή λεπτόκοκκες σκόνες), καθώς και η επαφή υγρών η στερεών ουσιών με το δέρμα ή τα δάχτυλα. Θα πρέπει να διεξάγονται όλες οι εργασίες εντός απαγωγού όταν γίνεται χρήση αντιδραστηρίων όπως χλωρίου, διοξειδίου του αζώτου, ιωδίου, αμμωνίας, θειούχου νατρίου, και άλλων πτητικών ουσιών. Επίσης, άλλες ουσίες που μπορούν να προκαλέσουν ερεθισμό είναι τα χλωρίδια μετάλλων όπως σιδήρου, αλουμινίου και χαλκού, το υπερμαγγανικό κάλιο, ο θειικός χαλκός, το καρβίδιο του ασβεστίου και το υπεροξείδιο του υδρογόνου.

- *Διαβρωτικές ουσίες (Corrosives) (Σήμανση κατά CLP: «διάβρωση»)*

Τα πυκνά διαλύματα οξέων και βάσεων (συγκέντρωση > 6 Μ) είναι διαβρωτικά. Γενικά οι διαβρωτικές ουσίες αντιδρούν έντονα με το δέρμα και τους οφθαλμούς, γι' αυτό θα πρέπει κατά την χρήση τους ο φοιτητής να φοράει πάντα ελαστικά γάντια, προστατευτικά γυαλιά καθώς επίσης και εργαστηριακή ποδιά. Η χρήση ή αραίωση πυκνών διαλυμάτων οξέων και βάσεων να γίνεται εντός απαγωγού. Όταν γίνεται αραίωση διαλυμάτων, πάντα προστίθεται το πυκνότερο διάλυμα στο νερό. ***Ιδιαίτερη προσοχή πρέπει να δίνεται στην αραίωση πυκνών διαλυμάτων οξέων και ειδικότερα του θειικού οξέος (H_2SO_4), όπου η αραίωσή του γίνεται πάντα με προσθήκη του θειικού οξέος στο νερό και όχι αντιστρόφως***.

- *Τοξικές ουσίες (Toxic Substances) (Σήμανση κατά CLP: «κίνδυνος υγείας» ή «νεκροκεφαλή»)*

Κάποιες ουσίες θα πρέπει να χρησιμοποιούνται σε μικρές ποσότητες γιατί έχουν προσδιοριστεί ως τοξικές. Σε αυτήν τη κατηγορία ανήκουν τα άλατα μετάλλων όπως βαρίου, μολύβδου, αργύρου, υδραργύρου, κοβαλτίου, μαγγανίου, χρωμίου και νικελίου, το χλώριο, το υδροξείδιο του βαρίου και ο μεταλλικός υδράργυρος. Θα πρέπει πάντα να γίνεται χρήση ελαστικών γαντιών κατά τη χρήση διαλυμάτων των παραπάνω ουσιών. Όταν χρησιμοποιούνται οι παραπάνω ουσίες σε στερεή μορφή (π.χ. κατά τη

ζύγιση) θα πρέπει ο φοιτητής να φοράει προστατευτικά ελαστικά γάντια καθώς και προστατευτική μάσκα.

- *Εύφλεκτες ουσίες (Flammable Substances)* (*Σήμανση κατά CLP: «φλόγα»)*

Η χρήση εύφλεκτων ουσιών θα πρέπει να γίνεται μόνο όταν δεν υπάρχει στον εργαστηριακό χώρο εστία φλόγας. Να γίνεται πάντα χρήση της μικρότερης δυνατής ποσότητας εύφλεκτων υγρών κατά την εκτέλεση των πειραμάτων. Ο κίνδυνος πυρκαγιάς λόγω εύφλεκτων και πτητικών ενώσεων είναι υπαρκτός, γι' αυτό είναι απαραίτητη η γνώση της τοποθεσίας και του χειρισμού των πυροσβεστήρων με ποικίλες γομώσεις (π.χ. ξηράς κόνεως). Η χρήση νερού για τον έλεγχο και την κατάσβεση της πυρκαγιάς δεν ενδείκνυται, μια και πολλές ουσίες αναφλέγονται με την παρουσία νερού (π.χ. Na, K, Li, Ca κ.α.).

- ***Κίνδυνοι κατά τον χειρισμό εργαστηριακού εξοπλισμού***

- *Χειρισμός υάλινων σκευών*

Κίνδυνος τραυματισμού από αιχμηρά γυάλινα αντικείμενα (άνω ή κάτω άκρα, οφθαλμοί).

- *Θερμές επιφάνειες οργάνων-πηγές θερμότητας*

Κίνδυνος εγκαυμάτων από επαφή ή εξ' αποστάσεως, λόγω μετάδοσης της θερμότητας μέσω ακτινοβολίας, με θερμές επιφάνειες (π.χ. ατμόλουτρα, πυριαντήρια, κάμινοι) ή ανοιχτή φλόγα (π.χ. λύχνος Bunsen).

- *Υψηλές τάσεις*

Κίνδυνος ηλεκτροπληξίας λόγω επαφής με ακάλυπτες επιφάνειες του εργαστηριακού εξοπλισμού που φέρουν υψηλή τάση.

- *Φιάλες αερίων υπό πίεση*

Κίνδυνος έκρηξης λόγω απότομης εκτόνωσης του συμπιεσμένου αερίου, ή κίνδυνος λόγω της φύσης του αερίου, π.χ. κίνδυνος ανάφλεξης για εύφλεκτα αέρια.

- ***Κίνδυνοι από ηλεκτρικό ρεύμα***

Κίνδυνος ηλεκτροπληξίας από ακάλυπτα ή φθαρμένα καλώδια, πολύμπριζα κλπ., ειδικά στην περίπτωση που βρίσκονται στο πάτωμα.

- ***Κίνδυνοι από Ακαταστασία-Ακατάλληλη Αποθήκευση***

Γενικά, η ακαταστασία δημιουργεί μη ασφαλείς συνθήκες για κάποιον που δουλεύει στο χημικό εργαστήριο:

- *Κίνδυνος κατά το χειρισμό των χημικών αντιδραστηρίων λόγω έλλειψης οργάνωσης και τάξης στον πάγκο εργασίας*
- *Κίνδυνος πτώσης σε ολισθηρό δάπεδο*
- *Κίνδυνος πτώσης από καλώδια που δεν είναι τακτοποιημένα*
- *Κίνδυνος αδυναμίας εκκένωσης του εργαστηρίου σε περίπτωση σεισμού ή πυρκαγιάς αν είναι κλειστές οι οδεύσεις διαφυγής ή οι έξοδοι κινδύνου*
- *Κίνδυνος πτώσης αντικειμένων σε περίπτωση σεισμού*

Σήμανση στο Χημικό Εργαστήριο και Εξοπλισμός Ασφαλείας-ΜΑΠ

Κατά την είσοδό μας στο ΧΕ και κατά την παραμονή μας σε αυτό ***θα πρέπει να είμαστε σε θέση να κατανοήσουμε τις παρακάτω σημάνσεις που αφορούν στους κινδύνους, αλλά και να εντοπίσουμε τα μέσα-εξοπλισμό προστασίας για την μείωση της επικινδυνότητας ή την αντιμετώπιση μιας έκτακτης κατάστασης***:

- Αναρτημένος Πίνακας Επισήμανσης Χημικών Ουσιών κατά CLP (Εικονογράμματα κινδύνου, Δηλώσεις Κινδύνου (Η), Δηλώσεις Προφύλαξης (Ρ)
- Αναρτημένα σήματα υποχρέωσης (Υποχρεωτική προστασία ματιών, ποδιών, σώματος)
- Σήμανση ειδοποίησης σε αναλυτικό εξοπλισμό π.χ. θερμές επιφάνειες στα ατμόλουτρα
- Σήμανση Οδεύσεων διαφυγής-Έξοδοι Κινδύνου
- Πυροσβεστήρες (θέση και τύπος πυροσβεστήρα, π.χ. ξηράς κόνεως, διοξειδίου του άνθρακα)
- Ανιχνευτές καπνού-φυσικού αερίου/Καταιωνιστήρες
- Λουτρά ασφαλείας
- Συσκευή πλύσης οφθαλμών-Φαρμακείο
- Γυαλιά ασφαλείας κλειστού τύπου (goggles)
- Γάντια νιτριλίου ή λάτεξ (προαιρετική χρήση, ανάλογα το πείραμα)

Κανόνες ασφάλειας και καλής εργαστηριακής πρακτικής στο Χημικό Εργαστήριο

- ***Γενικοί κανόνες***

- Η παρουσία του φοιτητή στο εργαστήριο και η εκτέλεση της εργαστηριακής άσκησης επιτρέπεται μόνο αν έχει προηγηθεί η παρακολούθηση της αντίστοιχης ενημέρωσης.

- Απαγορεύεται να εκτελείτε εργαστηριακή άσκηση μόνοι σας στο εργαστήριο. Είναι απαραίτητη η παρουσία ενός άλλου συναδέλφου σας ή του υπεύθυνου εργαστηρίου για ασφάλεια.

- Απαγορεύεται η κατανάλωση τροφίμων και το κάπνισμα εντός του εργαστηρίου.

- Η χρήση εργαστηριακής ποδιάς είναι υποχρεωτική κατά την παρουσία σας στον εργαστηριακό χώρο και θα πρέπει να είναι πάντοτε κουμπωμένη.

- Στον εργαστηριακό χώρο θα πρέπει να φοράτε κλειστά υποδήματα με αντιολισθητική σόλα (λάστιχο) για την αποφυγή ατυχημάτων από σπασμένα γυαλιά και διαβρωτικά υγρά, ή ηλεκτροπληξία. Να αποφεύγετε να πατάτε σε βρεγμένο δάπεδο.

- Η χρήση φακών επαφής απαγορεύεται λόγω πιθανής φλεγμονής από εκλυόμενα αέρια αντιδραστήρια.

- Να πιάνετε πίσω τα μακριά μαλλιά.

- Πρέπει να φοράτε προστατευτικά γυαλιά τύπου goggles, τα οποία σας διατίθενται, κατά την διεξαγωγή των πειραμάτων για την αποφυγή ατυχήματος από την εκτίναξη θραυσμάτων γυαλιού ή χημικών ουσιών.

- Αποφεύγετε την επαφή των χεριών με το πρόσωπο.

- Για οποιαδήποτε απορία σας σχετικά με το χειρισμό αντιδραστηρίων ή εξοπλισμού για τον οποίο δεν είστε σίγουροι θα πρέπει να ρωτάτε τον υπεύθυνό σας, ή κάποιον επιβλέποντα που θα βρίσκεται εκείνη τη στιγμή στο εργαστήριο.

- Αποφεύγετε την ακαταστασία στο εργαστήριο.

- Διατηρείτε τους πάγκους εργασίας και τους νιπτήρες καθαρούς.

- Πρέπει να τηρείτε καλή τάξη στα αντιδραστήρια, στα γυάλινα σκεύη και στο λοιπό εργαστηριακό εξοπλισμό.

- Μην κλείνετε τις οδούς διαφυγής και τις εξόδους κινδύνου.

- Μετά το τέλος της εργαστηριακής άσκησης να καθαρίζετε σχολαστικά τον εργαστηριακό σας πάγκο και να πλένετε καλά με απορρυπαντικό και απιονισμένο νερό τα γυάλινα σκεύη. Επίσης, να πλένετε επιμελώς τα χέρια σας με υγρό απορρυπαντικό και νερό.

- Να επιθεωρείτε το εργαστήριο σχολαστικά πριν φύγετε από αυτό και να κλείνετε τους διακόπτες ρεύματος, φυσικού αερίου και νερού στον πάγκο εργασίας σας και τον απαγωγό.

- Σε περίπτωση πυρκαγιάς, ατυχήματος ή οποιουδήποτε έκτακτου συμβάντος ειδοποιείτε άμεσα τον υπεύθυνο εργαστηρίου.

- ***Χρήση χημικών ουσιών***

- Προτού χρησιμοποιήσετε κάποιο αντιδραστήριο να διαβάζετε καλά την ετικέτα του (επιγραφή).

- Ενημερωθείτε για τους πιθανούς κινδύνους από τις ετικέτες συσκευασίας των χημικών αντιδραστηρίων ή συμπληρωματικά από τα δελτία δεδομένων ασφαλείας τους (SDS)

- Μην χρησιμοποιείτε αντιδραστήρια από δοχεία χωρίς επισήμανση.

- Μην αφήνετε αντιδραστήρια σε δοχεία χωρίς επισήμανση.

- Κλείνετε πάντα τα δοχεία των αντιδραστηρίων όταν δεν χρησιμοποιούνται.

- Για την αποφυγή μολύνσεως των υγρών αντιδραστηρίων, η μετάγγιση των υγρών με τη βοήθεια των σιφωνίων να μη γίνεται απευθείας από τα δοχεία που περιέχουν τα αντιδραστήρια, αλλά να προστίθεται η συγκεκριμένη ποσότητα αντιδραστηρίου σε ένα ποτήρι ζέσεως και από εκεί να γίνεται η άντληση στο σιφώνιο.

- Να μη γίνεται αλόγιστη χρήση αντιδραστηρίων. Θα πρέπει να λαμβάνετε τις συγκεκριμένες ποσότητες που απαιτούνται για κάθε εργαστηριακή άσκηση χωρίς να σπαταλάτε αδικαιολόγητα μεγαλύτερες ποσότητες. Αυτό θα βοηθήσει αφενός στην εξοικονόμηση αναλώσιμων τα οποία θα πρέπει να γνωρίζετε ότι κοστίζουν πολύ ακριβά, έτσι ώστε να έχουν όλοι οι συνάδελφοι σας πρόσβαση σε αυτά, και αφετέρου στην προστασία του περιβάλλοντος. Θα πρέπει να τονιστεί ότι η τυχόν περίσσεια αντιδραστηρίου που λαμβάνεται από ένα δοχείο που περιέχει το κάθε

αντιδραστήριο δεν επιστρέφεται ποτέ πίσω, και αυτό για να αποφεύγεται η μόλυνση του υπόλοιπου αντιδραστηρίου (τυχόν απροσεξία μπορεί να καταστρέψει το αντιδραστήριο με ανάμιξη με άλλη ουσία).

- Να καθαρίζονται άμεσα κηλίδες χημικών από τους πάγκους ή το δάπεδο.

- Απαγορεύονται οι αυθαίρετοι πειραματισμοί με χημικές ουσίες.

- Μην αποκλίνετε από την πειραματική διαδικασία/πειραματικό πρωτόκολλο.

- Αποφεύγετε να μυρίζετε χημικά αντιδραστήρια.

- Χρησιμοποιείτε προστατευτικά γάντια για τοξικές, διαβρωτικές ουσίες.

- Χρησιμοποιείτε πάντα τους απαγωγούς για εργασίες με ερεθιστικές, διαβρωτικές, τοξικές και πτητικές ουσίες.

- Αραιώνετε τα πυκνά οξέα με προσθήκη οξέος στο νερό, υπό συνεχή ανάδευση και ψύξη.

- Μην πλησιάζετε εύφλεκτα αντιδραστήρια κοντά σε πηγές θερμότητας και ανάφλεξης, ή το αντίστροφο.

- Χρησιμοποιήστε θερμαντικό μανδύα ή ατμόλουτρο για θέρμανση εύφλεκτων ουσιών, ποτέ γυμνή φλόγ.

- ***Απόρριψη Αποβλήτων***

- Απαγορεύεται η απόρριψη των υγρών αποβλήτων στους νιπτήρες. Σε συγκεκριμένους απαγωγούς θα βρείτε δοχεία τα οποία αναγρά- φουν «Απόβλητα - Οξέα», «Απόβλητα - Βάσεις», «Οργανικά Από- βλητα». Θα πρέπει μετά το τέλος της κάθε εργαστηριακής άσκησης να τοποθετείτε τα διάφορα απόβλητα στα αντίστοιχα δοχεία απο- βλήτων. Τα στερεά απόβλητα, όπως αντιδραστήρια, ηθμοί χαρτιά κ.λ.π., ρίχνονται στα ειδικά δοχεία και όχι στους νιπτήρες.

- Να μην απορρίπτονται επικίνδυνα για το περιβάλλον απόβλητα στο αποχετευτικό σύστημα (π.χ. βαρέα μέταλλα).

- Να συλλέγονται τα σπασμένα γυαλικά σκεύη σε κάδους συλλογής γυαλικών με ειδική σήμανση. Υπάρχει επισημασμένο ντουλάπι στους εργαστηριακούς πάγκους.

- ***Χρήση εργαστηριακού εξοπλισμού***

  - Να μην χρησιμοποιείτε ραγισμένα γυάλινα σκεύη, προς αποφυγή τραυματισμού.
  - Όταν κατεργαζόσαστε γυάλινους σωλήνες (π.χ. κοπή, πέρασμα σε φελλό ή λαστιχένιο πώμα) ή κατά την προσαρμογή θερμόμετρου σε φελλό, να χρησιμοποιείτε πάντοτε κάποιο ύφασμα (π.χ. πετσέτα ή υφασμάτινα γάντια) και να ασκείτε πίεση προσεκτικά με αργές κυκλικές κινήσεις για αποφυγή τραυματισμών.
  - Η πλήρωση των σιφωνίων με αναρρόφηση να γίνεται πάντα με χρήση πουάρ. Απαγορεύεται η άντληση με το στόμα.
  - Κατά την πλήρωση της προχοϊδας να μην ανυψώνεται το ποτήρι μετάγγισης του υγρού πάνω από το επίπεδο των ματιών. Χρησιμοποιείτε προστατευτικά γυαλιά τύπου goggles για μετάγγιση διαβρωτικών ή τοξικών ουσιών.
  - Κατά την θέρμανση υγρών σε δοκιμαστικούς σωλήνες, η στάθμη του υγρού να είναι το πολύ μέχρι τα 2/3 του σωλήνα, η θέρμανση να μην γίνεται κοντά στον πυθμένα και το στόμιο του σωλήνα να μην είναι στραμμένο σε άνθρωπο.
  - Να ελέγχετε για φθορές/διαρροές τον σωλήνα παροχής καυσίμου στο λύχνο Bunsen.
  - Μη χρησιμοποιείτε ελαστικά γάντια κατά τη χρήση του λύχνου Bunsen.
  - Να έχετε συνεχή επιτήρηση του λύχνου Bunsen όταν είναι σε λειτουργία.
  - Να κλείνετε αμέσως την παροχή καυσίμου αερίου σε περίπτωση συναγερμού.
  - Για τη μεταφορά θερμών σκευών (χωνευτήρια, ποτήρια ζέσεως) χρησιμοποιήστε πυρολαβίδες.
  - Η εισαγωγή και εξαγωγή χωνευτηρίων από καμίνους να γίνεται με χρήση ειδικών πυρολαβίδων, πυράντοχων γαντιών και με προστασία των οφθαλμών προς αποφυγή εγκαύματος.

- Ηλεκτρικές συσκευές και αναλυτικά όργανα να μην τοποθετούνται κοντά σε παροχές ύδρευσης.
- Να ελέγχονται οι ηλεκτρικές συσκευές και τα αναλυτικά όργανα για φθαρμένα καλώδια.
- Τα πολύμπριζα να μην υπερφορτώνονται, να μην τοποθετούνται κοντά σε παροχές ύδρευσης ή σε εύφλεκτα υγρά.
- Να μην υπάρχουν ατάκτως τοποθετημένα καλώδια στο πάτωμα.
- Απαγορεύεται η επαφή με τμήματα αναλυτικών οργάνων που έχουν υψηλές τάσεις.

- **Πρώτες Βοήθειες**

- Για την αντιμετώπιση οποιουδήποτε θέματος υγείας ή ατυχήματος κατά την διάρκεια των εργαστηρίων έχει ενημερωθεί ο γιατρός του ΕΜΠ, προκειμένου να παρέχει τις πρώτες βοήθειες. Σε περίπτωση που κριθεί αναγκαίο έχουν ορισθεί υπεύθυνοι καθηγητές ανά βάρδια για τη μεταφορά σε κοντινό Νοσοκομείο.

- Για οποιοδήποτε ατύχημα σας συμβεί, π.χ. κάψιμο λόγω επαφής με θερμή επιφάνεια, δερματική/οφθαλμική επαφή με αντιδραστήριο, ή για οποιαδήποτε υπόνοια αλλεργικής αντίδρασης, π.χ. ερεθισμός δέρματος, κάψιμο στο στόμα ή τη μύτη, ζάλη, δύσπνοια κλπ. θα πρέπει να ενημερώνετε άμεσα όποιον επιβλέποντα είναι κοντά σας εκείνη τη στιγμή.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Δ: ΠΕΡΙΟΔΙΚΟ ΣΥΣΤΗΜΑ