

Ποσοτική

Ανάλυση

ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΩΝ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ
ΣΑΛΑΥΤΙΣ ΔΕΣΙΟΥ
ΠΡΟΒΛΕΠΟΜΕΝΟ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ

Δ. Παναγ. - Γ. Καρανός - Σ. Μανωλάκης

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

5^η Έκδοση 1^ο ΚΥΚΛΟΥ



ΥΠΟΥΡΓΕΙΟ ΕΘΝΙΚΗΣ ΠΑΙΔΕΙΑΣ ΚΑΙ ΘΡΗΣΚΕΥΜΑΤΩΝ
ΠΑΙΔΑΓΩΓΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ

ΤΕΧΝΙΚΑ ΕΠΑΓΓΕΛΜΑΤΙΚΑ ΕΚΠΑΙΔΕΥΤΗΡΙΑ

Γάκης Δ., Κοτονιάς Γ., Μακανίκα Σ.

Ποσοτική Ανάλυση

Β' Τάξη 1ου κύκλου

Ειδικότητα: Χημικών Εργαστηρίων και Ποιοτικού Ελέγχου



ΤΟΜΕΑΣ ΧΗΜΙΚΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΕΦΑΡΜΟΓΩΝ

ΑΘΗΝΑ 2001

ΣΥΓΓΡΑΦΕΙΣ:

Γάκης Δημήτριος, Δρ. Χημικός Μηχανικός, Λέκτορας του ΕΜΠ.

Κοτονιάς Γεώργιος, Τεχνολόγος Τροφίμων, Κλάδου ΠΕ₁₈.

Μακανίκα Σοφία, Χημικός, Καθηγήτρια Β/θμιας Εκπαίδευσης.

ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΚΡΙΣΗΣ:

Λιοδάκης Στυλιανός, Επίκουρος Καθηγητής του ΕΜΠ.

Σιδηράς Δημήτριος, Δρ. Χημικός Μηχανικός, Λέκτορας Πανεπιστημίου Πειραιώς.

Καραγιάννης Θεόδωρος, Δρ. Χημικός, Καθηγητής Β/θμιας Εκπαίδευσης.

ΣΥΝΤΟΝΙΣΤΡΙΑ:

Μακανίκα Σοφία, Χημικός, Καθηγήτρια Β/θμιας Εκπαίδευσης.

ΓΛΩΣΣΙΚΗ ΕΠΙΜΕΛΕΙΑ:

Γιαννακόπουλος Δημήτριος

Φιλολόγος

ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑ:

Σφενδύλη Γεωργία

Υπάλληλος Τ.Ε.Ι. Αθηνών

ΠΑΙΔΑΓΩΓΙΚΟ ΙΝΣΤΙΤΟΥΤΟ

Υπεύθυνος του τομέα

ΧΗΜΙΚΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΩΝ ΕΦΑΡΜΟΓΩΝ

Μπομπέτσας Αντώνιος

Σύμβουλος Π.Ι.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ:

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1.1 Ποιοτική και Ποσοτική Ανάλυση	15
1.2 Ταξινόμηση των ποσοτικών μεθόδων ανάλυσης	16
1.3 Τα στάδια μιας τυπικής ποσοτικής ανάλυσης	20

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

2.1 Μέτρα αξιοπιστίας των αναλύσεων	27
2.1-A Η Μέση Τιμή	27
2.1-B Επαναληπτικότητα	28
2.1-Γ Ακρίβεια	29
2.1-Δ Απόλυτο σφάλμα	30
2.1-E Σχετικό σφάλμα	30
2.1-ΣΤ Τυπική απόκλιση	31
2.2 Σφάλματα στην ποσοτική ανάλυση	33
2.3 Σημαντικά ψηφία	37
Παράδειγμα υπολογισμού Μέσης Τιμής με χρήση Η/Υ	49
Παράδειγμα παρουσίασης αποτελεσμάτων σε μορφή πίνακα και γγραφήματος με χρήση Η/Υ	54
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	57

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: ΚΛΑΣΙΚΗ ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

3.1 Τι είναι η κλασική ποσοτική ανάλυση	68
3.2 Είδη κλασικής ποσοτικής ανάλυσης	70
3.3 Ογκομετρική ανάλυση	71
3.3.1 Οξυμετρία - Αλκαλιμετρία	87
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	91
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	94
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	96
Εργαστηριακή Άσκηση 4η	98
Εργαστηριακή Άσκηση 5η	100
3.3.2 Αντιδράσεις Οξειδοαναγωγής - Μαγγανιομετρία	104
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	105
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	107
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	110

3.3.3 Ογκομετρήσεις Οξειδοαναγωγής Ιωδιομετρία - Ιωδομετρία	112
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	113
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	115
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	117
Εργαστηριακή Άσκηση 4η	119
Εργαστηριακή Άσκηση 5η	120
3.3.4 Ογκομετρικές καταβυθίσεις (Αργυρομετρία).....	123
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	124
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	126
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	128
3.3.5 Συμπλοκομετρία	131
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	133
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	135
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	136
Συνιστωμένη Ορολογία για τις Ογκομετρικές Αναλύσεις	139
Ογκομετρική ανάλυση. Λυμένα Παραδείγματα Υπολογισμών	143
Ερωτήσεις - Προβλήματα	147
Υπολογιστικές Ασκήσεις	149
3.4 Σταθμική ανάλυση.....	153
3.4.1. Ταξινόμηση των σταθμικών μεθόδων ανάλυσης.....	153
3.4.2. Προϋποθέσεις και στάδια σταθμικής ανάλυσης	155
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	164
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	167
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	170
Εργαστηριακή Άσκηση 4η	172
Εργαστηριακή Άσκηση 5η	175

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4: ΕΝΟΡΓΑΝΗ ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

4.1 Γενικά, παραδείγματα, ορισμοί.....	194
4.2 Είδη ενόργανης ανάλυσης	199
4.3 Οπτικές μέθοδοι.....	208
4.3.1 Φασματοφωτομετρία	214
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	223
4.3.2 Φασματομετρία Ατομικής απορρόφησης.....	227
Εργαστηριακή Άσκηση 2η	237
4.4 Χρωματογραφικές μέθοδοι	248
4.4.1 Η Χρωματογραφία χάρτη	255
4.4.2 Η Χρωματογραφία λεπτής στοιβάδας	261

4.4.3 Η Χρωματογραφία στήλης	266
4.4.4 Η Αέρια Χρωματογραφία	272
Εργαστηριακή Άσκηση 3η	282
Εργαστηριακή Άσκηση 4η	285
Εργαστηριακή Άσκηση 5η	287
Εργαστηριακή Άσκηση 6η	291
4.5 Ηλεκτροχημικές μέθοδοι	301
4.5.1 Αγωγιμομετρία	305
4.5.2 Μέτρηση ενεργού Οξύτητας	312
4.5.3 Ηλεκτροσταθμική μέθοδος	319
Εργαστηριακή Άσκηση 7η	324
Εργαστηριακή Άσκηση 8η	327
Εργαστηριακή Άσκηση 9η	330

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΥ ΕΝΟΣ ΣΥΣΤΑΤΙΚΟΥ ΣΕ ΑΓΝΩΣΤΟ ΔΕΙΓΜΑ

5.1 Μέθοδοι εργασίας ανάλογα με τη φυσική κατάσταση του δείγματος	340
5.2 Διαλυτοποίηση.....	344
5.3 Μέθοδοι εργασίας ανάλογα με το συστατικό που προσδιορίζεται .	348
5.4 Εφαρμογές.....	350
Εργαστηριακή Άσκηση 1η	352
 Η Ασφάλεια στο Εργαστήριο	366
 Ευρετήριο Ορών	369
 Βιβλιογραφία	377

ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Αλήθεια τι κοινό παρουσιάζουν επιστήμες όπως η αρχαιολογία, η ανθρωπολογία, η χημεία, η χημική μηχανική, η εγκληματολογία, η επιστήμη υλικών, η ιατρική, η μοριακή βιολογία, η φαρμακολογία, η τοξικολογία; Όλες εξαρτώνται από τη **χημική ανάλυση**. Γιατί άραγε; Διότι όλοι όσοι εργάζονται στις επιστημονικές και τεχνολογικές αυτές περιοχές έχουν ανάγκη να γνωρίζουν τα υλικά με τα οποία εργάζονται.

Η **Αναλυτική Χημεία** είναι επιστημονικός κλάδος που ασχολείται με τη μελέτη των υλικών. Από αυτή μαθαίνουμε από ποια στοιχεία (στοιχειακή ανάλυση) και από ποια μόρια (μοριακή ανάλυση) αποτελούνται τα υλικά. Μαθαίνουμε δηλαδή αυτό που λέμε σύσταση των υλικών. Υλικά τα οποία μπορεί να είναι στερεά, υγρά, αέρια, διαλύματα, γυαλιά, καυσάεργια, φλόγες. Η γνώση της σύστασης τους μας επιτρέπει να καταλάβουμε τις ιδιότητές τους, να προβλέψουμε τις καλύτερες εφαρμογές τους και, αν είναι δυνατόν, να ανακαλύψουμε από πού προέρχονται ή τι ήταν πριν.

Η **Αναλυτική Χημεία** δε λύνει μόνο κάποια ειδικά προβλήματα σύστασης. Ασχολείται και με την ανακάλυψη και βελτίωση των μεθόδων της. Κοιτάξτε την πορεία της! *Σταθμική ανάλυση, Ογκομετρική ανάλυση, Ενόργανη ανάλυση, Συνδυασμένες μέθοδοι, Αυτοματοποίηση*. Μια τέτοια πορεία απαιτεί βαθιά γνώση χημείας, φυσικής, στατιστικής, ηλεκτρονικής, αλλά και βιολογίας.

Η πραγματοποίηση χημικών αναλύσεων, που είναι η δουλειά του αναλυτικού χημικού, απαιτεί κυρίως πρακτική άσκηση και γνώση της «λεπτομέρειας». Με άλλα λόγια η Αναλυτική Χημεία είναι μία, θα έλεγε κανείς, «χειρωνακτική» επιστήμη και η πρακτική της απαιτεί κάτι πολύ περισσότερο από το να διαβάσει κανείς αυτό ή άλλο καλύτερο βιβλίο, αφού επιπλέον απαιτούνται κριτική και συνδυαστική σκέψη και πρακτική εμπειρία.

Στο βιβλίο αυτό προσπαθήσαμε να δώσουμε τις αρχές των αναλυτικών μεθόδων και μερικές κλασικές εφαρμογές τους. Επιμείναμε αρκετές φορές σε λεπτομέρειες που είναι καμιά φορά αυτονόητες. Αλλά, όπως αναφέραμε προηγουμένως, βρισκόμαστε στην επιστήμη της «λεπτομέρειας» και της πειθαρχίας. Οι εφαρμογές στο στάδιο αυτό είναι αναξιοποίητες. Και όμως πίσω από αυτές κρύβονται πολύ ενδιαφέροντα θέματα - προβλήματα όπως

το να ανακαλύψει κάποιος τα αίτια μιας πυρκαγιάς ή βομβιστικής επίθεσης, το ποιος και πως μόλυνε μια λίμνη, το αν το beton μιας πολυκατοικίας που κατέρρευσε σε σεισμό ήταν σωστής παρασκευής, το αν ένας «πρωταθλητής» είχε ή όχι χημική βοήθεια (doping). Επιπλέον μπορεί να βρει τη σύσταση των πετρωμάτων του Άρη, να αποφανθεί για το τι έτρωγαν οι Αρχαίοι Έλληνες και τι κλίμα επικρατούσε εκείνη την εποχή. Σε κάθε τέτοιο πρόβλημα η στρατηγική και οι μέθοδοι που ακολουθήθηκαν βρέθηκαν ύστερα από πολλά και επίπονα πειράματα από πεπειραμένους επιστήμονες.

Όπου ήταν δυνατό, στο βιβλίο δόθηκαν τέτοιες εφαρμογές με μορφή *ελεύθερου αναγνώσματος*, το οποίο επειδή δεν ανήκει στην εξεταστέα ύλη δεν έπεται ότι δεν αξίζει να μελετηθεί... Το ίδιο βέβαια ισχύει και για τους διάφορους πίνακες του βιβλίου. Σε αυτούς ανατρέχει κανείς, αρκεί να ξέρει που βρίσκονται, πως να τους χρησιμοποιεί, να τους ερμηνεύει και να αποσπά τις πληροφορίες που χρειάζεται.

