

## 6<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

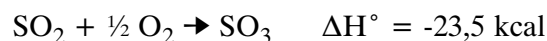
### ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΘΕΙΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΕΠΑΦΗΣ

#### 6.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι η μελέτη του φαινομένου της ετερογενούς κατάλυσης μέσω της παρασκευής θειικού οξέος.

#### 6.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Η μέθοδος επαφής είναι μια βιομηχανική μέθοδος παρασκευής του θειικού οξέος. Το διοξείδιο του θείου (SO<sub>2</sub>) που παράγεται από την καύση του θείου διαβιβάζεται, αναμεμειγμένο με αέρα, πάνω από καταλύτη, οπότε σχηματίζεται τριοξείδιο του θείου (SO<sub>3</sub>):



Κατά το σχηματισμό του SO<sub>3</sub> εκλύεται θερμότητα (-ΔH°) και ελαττώνεται ο όγκος του συστήματος. Η ισορροπία μετατοπίζεται συνεπώς προς τα δεξιά, δηλαδή αυξάνεται η απόδοση σε SO<sub>3</sub>, όταν αυξηθεί η πίεση ή όταν ελαττωθεί η θερμοκρασία. Σε χαμηλή όμως θερμοκρασία η ταχύτητα της αντίδρασης είναι πολύ μικρή, και η βιομηχανική παρασκευή είναι οικονομικώς ασύμφορη. Για τη διεξαγωγή της αντίδρασης σε όσο το δυνατόν χαμηλότερη θερμοκρασία, ώστε να επιτευχθεί ικανοποιητική απόδοση χωρίς όμως αυτό να γίνει σε βάρος της ταχύτητας, χρησιμοποιούνται καταλύτες.

Σύμφωνα με τη μέθοδο επαφής ως καταλύτες χρησιμοποιούνται λευκόχρυσος και οξείδια του σιδήρου ή του βαναδίου. Η κατάλυση είναι ετερογενής (δηλαδή τα αντιδρώντα βρίσκονται

1. Βλ. σχετικά 5ο Κεφάλαιο (Παραγωγή Θειικού Οξέος) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β΄ τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).



Μονάδα παραγωγής θειικού οξέος.

### 6.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

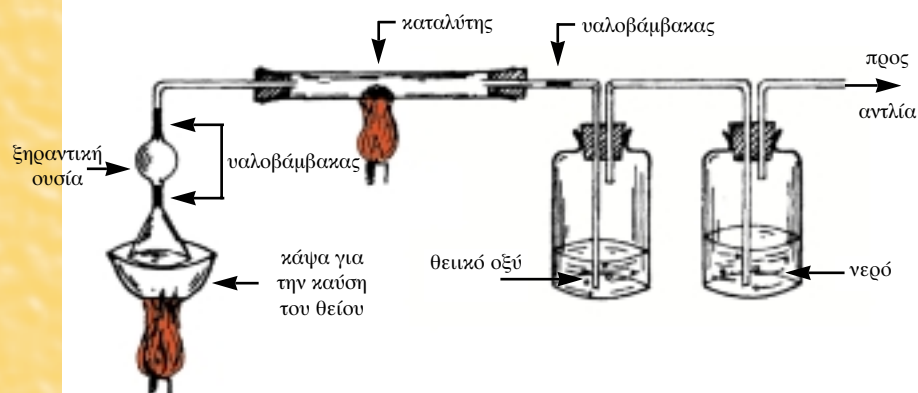
### 6.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

σε διαφορετική φυσική κατάσταση –είναι αέρια– από τον καταλύτη –είναι στερεός–).

Στην ακόλουθη εργαστηριακή προσομοίωση της μεθόδου επαφής δεν είναι εφικτή η χρησιμοποίηση πιέσεων και θερμοκρασιών όμοιων με αυτές που χρησιμοποιούνται στη βιομηχανία. Οι δύο αυτές μεταβλητές θεωρούνται σταθερές, και εξετάζεται μόνο η επίδραση του καταλύτη.

#### A. ΟΡΓΑΝΑ:

Για την εκτέλεση του πειράματος συναρμολογείται η συσκευή του σχήματος μέσα σε απαγωγό εστία.



Διάταξη μετατροπής  $SO_2$  σε  $SO_3$ .

#### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

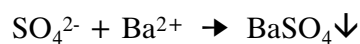
1. Πυκνό διάλυμα  $H_2SO_4$ .
  2. Σκόνη στοιχειακού θείου.
  3. Πυκνό διάλυμα  $HCl$ .
  4. Διάλυμα  $BaCl_2$  συγκέντρωσης 0,1 M.
  5. Καταλύτης τριοξειδίου του σιδήρου ή πεντοξειδίου του βαναδίου.
  6. Σκόνη αμιάντου.
1. Προσθέστε στην πρώτη φιάλη 10 ml πυκνού διαλύματος  $H_2SO_4$  και στη δεύτερη 15 ml απεσταγμένου νερού.
  2. Θερμάνετε έντονα τον οριζόντιο σωλήνα καύσης (pyrex).
  3. Ρυθμίστε μέσω της αντλίας την ταχύτητα ροής του αερίου. Επιδιώξτε η ροή να είναι σταθερή, παρακολουθώντας τις

διερχόμενες μέσα από τις φιάλες φυσαλίδες. Ροή που αντιστοιχεί σε λίγες φυσαλίδες ανά δευτερόλεπτο θεωρείται ικανοποιητική.

4. Μέσα στην κάψα τοποθετήστε περίπου 10 g θείου. Το παραγόμενο αέριο διέρχεται μέσα από τον πυρακτωμένο σωλήνα καύσης, στον οποίο όμως δεν έχει τοποθετηθεί καταλύτης.
5. Μέσα στη δεύτερη φιάλη, η οποία περιείχε αρχικά καθαρό νερό, προσθέστε 1 ml πυκνού διαλύματος HCl και 1 ml διαλύματος BaCl<sub>2</sub> 0,1 M.
6. Καθαρίστε τη συσκευή και επαναλάβετε το πείραμα. Αυτή τη φορά, όμως, στο σωλήνα καύσης τοποθετήστε καταλύτη, αποτελούμενο από τριοξείδιο του σιδήρου ή από πεντοξείδιο του βαναδίου, αναμεμειγμένο με σκόνη αμιάντου. Προσπαθήστε οι συνθήκες του πειράματος με καταλύτη, συμπεριλαμβανομένης και της ταχύτητας ροής των αερίων, να είναι ίδιες με τις συνθήκες του πειράματος χωρίς καταλύτη. Η θέρμανση πρέπει να είναι έντονη, διαφορετικά δε σχηματίζεται SO<sub>3</sub>.
7. Αν σχηματιστεί SO<sub>3</sub> και φτάσει μέχρι τη δεύτερη φιάλη, λαμβάνει χώρα η αντίδραση:



Με την προσθήκη των κατιόντων βαρίου τα θειικά ανιόντα που προέρχονται από τη διάσταση του H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> σχηματίζουν δυσδιάλυτο θειικό βάριο (λευκό ίζημα):



## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

## ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΘΕΠΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΕΠΑΦΗΣ

Ονοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

① Περιγράψτε τα αποτελέσματα του πειράματος.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

② Γιατί χρησιμοποιείται σκόνη αμιάντου;

.....

.....

.....

.....

.....

.....

③ Γιατί το  $SO_3$  διαβιβάζεται αρχικά μέσω πηκνού διαλύματος  $H_2SO_4$  και όχι μέσω νερού;

.....

.....

.....

.....

.....

.....





## 7η Εργαστηριακή άσκηση:

# ΑΝΤΙΠΡΟΣΩΠΕΥΤΙΚΕΣ ΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΤΟΥ ΘΕΙΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ

## 7.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι η μελέτη των χημικών αντιδράσεων του θειικού οξέος με μέταλλα, με αμέταλλα και με βάσεις, καθώς και η εκμάθηση του σωστού τρόπου αραιώσης πυκνού διαλύματος θειικού οξέος.

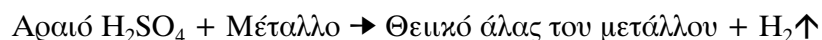
## 7.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Το θειικό οξύ (ή έλαιο του βιτριολίου) είναι υγρό άχρωμο, άοσμο και παχύρρευστο.

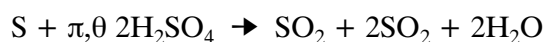
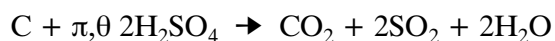
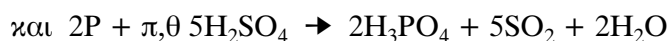
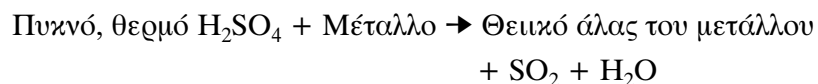
Όπως όλα τα οξέα αντιδρά με βάσεις δίνοντας άλας και νερό (αντιδράσεις εξουδετέρωσης):



Τα αραιά διαλύματα του  $\text{H}_2\text{SO}_4$  αντιδρούν με μέταλλα δραστηκότερα του υδρογόνου και ελευθερώνουν αέριο υδρογόνο:



Τα πυκνά διαλύματα του  $\text{H}_2\text{SO}_4$  οξειδώνουν πολλά μέταλλα (εκτός από τα ευγενή) και αμέταλλα (C, S, P):



1. Βλ. σχετικά 5ο Κεφάλαιο (Παρασκευή Θειικού Οξέος) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).

### 7.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

### 7.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Η διάλυση του θειικού οξέος συνοδεύεται από έκλυση μεγάλης ποσότητας θερμότητας, η οποία μπορεί να προκαλέσει ακόμα και βρασμό του διαλύματος με εκτίναξη σταγονιδίων. Επειδή το θειικό οξύ είναι καυστικό υγρό και, αν πέσει στο δέρμα, προκαλεί εγκαύματα, η αραιώσή του γίνεται πάντα με προσθήκη μικρών ποσοτήτων πυκνού οξέος σε μεγάλη σχετικά ποσότητα νερού, με εξωτερική ψύξη και με συνεχή ανάδευση του διαλύματος, και **ποτέ αντίστροφα**.

#### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Θερμόμετρο.
2. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml.
3. Ογκομετρικός κύλινδρος των 100 ml.
4. Μεγάλη λεκάνη, γυάλινη ή πλαστική.
5. Ποτήρι ζέσεως των 500 ml.
6. Γυάλινο χωνί.
7. Ποτήρι ζέσεως των 100 ml.
8. Γυάλινη ράβδος ανάδευσης.
9. Πλαστική φιάλη των 500 ml (από πολυαιθυλένιο).
10. Στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων.
11. Δοκιμαστικοί σωλήνες.
12. Υδατόλουτρο.
13. Προχοΐδα.

#### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Απεσταγμένο νερό.
2. Πυκνό διάλυμα θειικού οξέος.
3. Ρινίσματα σιδήρου.
4. Ρινίσματα χαλκού.
5. Αραιό διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου.
6. Διάλυμα δείκτη φαινολοφθαλεΐνης (0,1 g σκόνης φαινολοφθαλεΐνης διαλύεται σε 80 ml αιθανόλης 95%, και το μείγμα αραιώνεται στα 100 ml με απεσταγμένο νερό).

#### A. Αραιώση πυκνού διαλύματος θειικού οξέος

1. Τοποθετήστε απεσταγμένο νερό στο ποτήρι ζέσεως των 500 ml μέχρι τα 2/3 του ύψους του και τοποθετήστε το ποτήρι μέσα



στη λεκάνη. Τοποθετήστε νερό στη λεκάνη, ώστε το ύψος του μόλις να ξεπερνά το ύψος του νερού μέσα στο ποτήρι. Τοποθετήστε το θερμόμετρο μέσα στο ποτήρι ζέσεως και σημειώστε τη θερμοκρασία.

2. Τοποθετήστε πυκνό διάλυμα  $\text{H}_2\text{SO}_4$  στο ποτήρι ζέσεως των 100 ml μέχρι τα  $\frac{2}{3}$  του ύψους του και το διάλυμα μεταφέρετέ το στον ογκομετρικό κύλινδρο των 100 ml μέχρι τη χαραγή των 75 ml.
3. Τα 75 ml του πυκνού διαλύματος  $\text{H}_2\text{SO}_4$  μεταγγίστε τα πολύ προσεκτικά και σταδιακά στο ποτήρι ζέσεως των 500 ml, αναδεύοντας ταυτόχρονα το διάλυμα με τη ράβδο ανάδευσης. Σημειώστε την ένδειξη θερμοκρασίας. Τι παρατηρείτε;
4. Αφού το διάλυμα ψυχθεί αρκετά, μεταγγίστε το μέσω του γυάλινου χωνιού στην ογκομετρική φιάλη των 500 ml και συμπληρώστε με νερό μέχρι τη χαραγή.
5. Μεταγγίστε, μέσω του γυάλινου χωνιού, το περιεχόμενο της ογκομετρικής φιάλης στην πλαστική φιάλη φύλαξης, και πωματίστε την καλά.

#### ***B. Επίδραση αραιού διαλύματος θεικού οξέος σε μέταλλα***

1. Τοποθετήστε στο στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων ένα δοκιμαστικό σωλήνα και τοποθετήστε μέσα σε αυτόν μερικά ρινίσματα σιδήρου.
2. Τοποθετήστε στο σωλήνα μερικά ml από το αραιό διάλυμα θεικού οξέος που παρασκευάσατε στο πείραμα Α. Τι παρατηρείτε;
3. Κρατήστε ανεστραμμένο έναν κενό δοκιμαστικό σωλήνα πάνω από το σωλήνα με το σίδηρο. Μετά από λίγο απομακρύνετε τον ανεστραμμένο δοκιμαστικό σωλήνα και πλησιάστε στο στόμιό του ένα αναμμένο κερί. Τι παρατηρείτε;
4. Επαναλάβετε το προηγούμενο πείραμα τοποθετώντας αυτή τη φορά στο δοκιμαστικό σωλήνα Cu αντί για Fe. Τι παρατηρείτε;

#### ***Γ. Επίδραση πυκνού διαλύματος θεικού οξέος σε μέταλλα***

1. Τοποθετήστε στο στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων ένα δοκιμαστικό σωλήνα και τοποθετήστε μέσα σε αυτόν μερικά ρινίσματα σιδήρου.
2. Τοποθετήστε στο σωλήνα πυκνό διάλυμα θεικού οξέος και θερμάνετε στο υδατόλουτρο. Τι παρατηρείτε;

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Το πυκνόθειικό οξύ είναι διαβρωτική και οξειδωτική ουσία και προκαλεί εγκαύματα στο δέρμα.

**Δ. Επίδραση πυκνού διαλύματος θειικού οξέος σε αμέταλλα**

1. Τοποθετήστε στο στήριγμα δοκιμαστικών σωλήνων ένα δοκιμαστικό σωλήνα και τοποθετήστε μέσα σε αυτόν σκόνη θείου.
2. Τοποθετήστε στο σωλήνα πυκνό διάλυμα θειικού οξέος και θερμάνετε στο υδατόλουτρο. Τι παρατηρείτε;

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Το πυκνόθειικό οξύ είναι διαβρωτική και οξειδωτική ουσία και προκαλεί εγκαύματα στο δέρμα.

**Ε. Αντίδραση θειικού οξέος με βάση (εξουδετέρωση)**

1. Τοποθετήστε στην προχοΐδα αραιό διάλυμα NaOH και τοποθετήστε κάτω από το στόμιο εκροής της το ποτήρι ζέσεως των 100 ml.
2. Τοποθετήστε στο ποτήρι νερό, μέχρι του ύψους των 2 cm περίπου και προσθέστε τόσο διάλυμα αραιού θειικού οξέος, ώστε η στάθμη του διαλύματος να ανέβει άλλα 2 cm.
3. Προσθέστε στο όξινο αυτό διάλυμα 6 έως 8 σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης. Το διάλυμα παραμένει άχρωμο.
4. Γυρίστε λίγο τη στρόφιγγα της προχοΐδας και αφήστε να πέφτει στο ποτήρι κατά σταγόνες και με αργό ρυθμό διάλυμα NaOH, αναδεύοντας ταυτόχρονα το περιεχόμενο του ποτηριού με τη ράβδο ανάδευσης, μέχρις ότου μια επιπλέον σταγόνα να μετατρέψει το χρώμα του διαλύματος σε κόκκινο. Στο σημείο αυτό όλη η ποσότητα του θειικού οξέος έχει αντιδράσει με την προστεθείσα βάση (εξουδετέρωση).

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

### ΑΝΤΙΠΡΟΣΩΠΕΥΤΙΚΕΣ ΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΤΟΥ ΘΕΠΚΟΥ ΟΞΕΟΣ

Όνοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

- ① Για ποιο λόγο το πείραμα Α. πραγματοποιήθηκε μέσα σε λεκάνη με νερό; Καταγράψτε και εξηγήστε τις παρατηρήσεις σας.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ② Καταγράψτε και εξηγήστε τις παρατηρήσεις σας στο πείραμα Β. Γράψτε τις χημικές εξισώσεις των αντιδράσεων που πραγματοποιήθηκαν.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ③ Καταγράψτε και εξηγήστε τις παρατηρήσεις σας στο πείραμα Γ. Γράψτε τη χημική εξίσωση της αντίδρασης που πραγματοποιήθηκε.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ④ Καταγράψτε και εξηγήστε τις παρατηρήσεις σας στο πείραμα Δ. Γράψτε τη χημική εξίσωση της αντίδρασης που πραγματοποιήθηκε.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ⑤ Ποια αντίδραση έλαβε χώρα στο πείραμα Ε; Γράψτε τη χημική εξίσωσή της.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

## 8<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

# ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΜΜΩΝΙΑΣ

### 8.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας διαλύματος αμμωνίας με τη χρησιμοποίηση διαλύματος βάσης γνωστού τίτλου (ογκομέτρηση).

### 8.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

**Α.** Η ογκομετρική ανάλυση αποτελεί έναν από τους σημαντικότερους τομείς της αναλυτικής χημείας<sup>2</sup>.

Μια ογκομετρική μέθοδος ανάλυσης επιτυγχάνει τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας (δηλαδή της ποσοστιαίας αναλογίας) ενός διαλύματος/δείγματος σε ορισμένη ουσία και βασίζεται σε μια χημική αντίδραση της γενικής μορφής:



όπου α μόρια **αναλύτη** A (ποσοτικά προσδιοριζόμενης ουσίας) αντιδρούν με τ μόρια αντιδραστήριου T. Το αντιδραστήριο T ονομάζεται **τιτλοδότης** (εκείνος που θα δώσει τον τίτλο στο προσδιοριζόμενο διάλυμα/δείγμα) και είναι ένα βοηθητικό αντιδραστήριο εκ των προτέρων γνωστής συγκέντρωσης (**τίτλου**), δηλαδή ένα **πρότυπο διάλυμα**. Ο τιτλοδότης προστίθεται τμηματικά από την προχοΐδα στην οποία έχει τοποθετηθεί.

1. Βλ. σχετικά 6ο Κεφάλαιο (Αμμωνία και Νιτρικό Οξύ) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).
2. Η **αναλυτική χημεία** είναι ο εργαστηριακός κλάδος της χημείας που ασχολείται με την ποιοτική (ποια μόρια ή στοιχεία περιέχονται στο δείγμα) και με την ποσοτική (σε ποιες αναλογίες περιέχονται) ανάλυση χημικών ουσιών ή μειγμάτων ουσιών. Έχει δε εκτεταμένη εφαρμογή σε πληθώρα τομέων (έλεγχος ποιότητας φαρμάκων, τροφίμων και ποτών, έλεγχος καυσίμων και λιπαντικών, βιοχημικές αναλύσεις δειγμάτων αίματος και ούρων, έλεγχος χρήσης απαγορευμένων ουσιών από αθλητές, έλεγχος ρύπανσης της ατμόσφαιρας, έλεγχος των αστικών και βιομηχανικών λυμάτων, έλεγχος των εδαφών κ.ο.κ.).



Η προσθήκη του τιτλοδότη συνεχίζεται μέχρι να προστεθεί ποσότητα χημικά ισοδύναμη με την ποσότητα του αναλύτη. Τότε, λέγεται ότι προσεγγίστηκε το **ισοδύναμο σημείο** της ογκομέτρησης. Προκειμένου όμως να γνωρίζει πότε να διακόψει την προσθήκη του τιτλοδότη, ο χημικός αναλυτής χρησιμοποιεί μια χημική ουσία που ονομάζεται **δείκτης**. Ο δείκτης αποκρίνεται στην παρουσία περίσσειας τιτλοδότη (ένδειξη ότι ολοκληρώθηκε η αντίδραση ογκομέτρησης) με αλλαγή του χρώματός του. Αυτή η χρωματική αλλαγή μπορεί να συμβαίνει ή να μη συμβαίνει ακριβώς στο ισοδύναμο σημείο. Το σημείο, λοιπόν, αυτό της ογκομέτρησης στο οποίο ο δείκτης αλλάζει χρώμα, λέγεται **τελικό σημείο**. Ασφαλώς, η επιλογή του κατάλληλου δείκτη γίνεται έτσι, ώστε το τελικό σημείο να προσεγγίζει όσο το δυνατόν περισσότερο το ισοδύναμο σημείο. Για την ανίχνευση του τελικού σημείου των ογκομετρήσεων χρησιμοποιούνται, εκτός από τους οπτικούς δείκτες, και διάφορες φυσικές ή χημικές ιδιότητες του διαλύματος.

Ο όρος **ογκομέτρηση** (ή ο εναλλακτικός όρος **τιτλοδότηση**) αναφέρεται, επομένως, στη μέτρηση του όγκου του τιτλοδότη που απαιτείται για την επίτευξη του ισοδύναμου σημείου.

Οι αντιδράσεις που χρησιμοποιούνται στην ογκομετρική ανάλυση είναι συνήθως:

- ❑ αντιδράσεις εξουδετέρωσης οξέος-βάσης (ως τιτλοδότης για την τιτλοδότηση οξέος χρησιμοποιείται πρότυπο διάλυμα ισχυρής βάσης -συνήθως NaOH-, ενώ για την τιτλοδότηση βάσης χρησιμοποιείται πρότυπο διάλυμα ισχυρού οξέος - συνήθως HCl),
- ❑ αντιδράσεις οξειδοαναγωγής (π.χ. τιτλοδότηση  $\text{Fe}^{2+}$  με  $\text{KMnO}_4$ , βλ. 20ή Εργαστηριακή άσκηση),
- ❑ αντιδράσεις καθίζησης (π.χ. καταβύθιση χλωριούχων ή βρωμιούχων ιόντων με  $\text{Ag}^+$ ),
- ❑ αντιδράσεις συμπλοκοποίησης (π.χ. συμπλοκοποίηση μεταλλικών κατιόντων με EDTA, βλ. 4η Εργαστηριακή άσκηση).

Γενικά, για να χρησιμοποιηθεί μια αντίδραση σε ογκομέτρηση, πρέπει να είναι ταχεία (να ολοκληρώνεται σύντομα) και



*Ο γενικός πεχαμετρικός δείκτης είναι μείγμα δεικτών που αλλάζει χρώμα σε ευρεία περιοχή pH: από 2 έως 14.*



*Δεξαμενή αποθήκευσης αμμωνίας.*

ποσοτική (να μη συνοδεύεται από παράλληλες ή από αντίστροφες αντιδράσεις).

Ειδικότερα, στις ογκομετρήσεις οξέος-βάσης οι δείκτες που χρησιμοποιούνται για την ανίχνευση του τελικού σημείου επιλέγονται με βάση την περιοχή του pH στην οποία υφίστανται τη χρωματική αλλαγή. Στην περίπτωση αυτή οι δείκτες είναι έγχρωμες ενώσεις (ασθενή οξέα ή ασθενείς βάσεις), των οποίων η όξινη μορφή έχει διαφορετικό χρώμα από την αλκαλική. Έτσι, με πρόσληψη ή με αποβολή πρωτονίων (ανάλογα με το pH) αλλάζει το χρώμα των δεικτών, άρα και του διαλύματος που τους περιέχει. Τέτοιοι δείκτες και οι αντίστοιχες περιοχές pH στις οποίες γίνεται αλλαγή χρώματος είναι το πικρικό οξύ (pH 0,1 – 0,8 από άχρωμος γίνεται κίτρινος), το κυανό της θυμόλης (pH 1,2 – 2,8 από κόκκινος γίνεται κίτρινος), η ηλιανθίνη (pH 3,1 – 4,4 από κόκκινος γίνεται κίτρινος), το ερυθρό του μεθυλίου (pH 4,2 – 6,2 από κόκκινος γίνεται κίτρινος), η φαινοolphθαλείνη (pH 8,0 – 10,0 από άχρωμος γίνεται κόκκινος) κ.ο.κ.

Τέλος, σημειώνεται ότι απαιτούνται **στοιχειομετρικοί υπολογισμοί** (δηλαδή υπολογισμοί που βασίζονται στη στοιχειομετρία της ογκομετρικής αντίδρασης), προκειμένου, με βάση το γνωστό τίτλο του τιτλοδότη, να προσδιοριστεί ο άγνωστος τίτλος (συγκέντρωση) του αναλύτη.

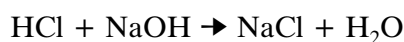
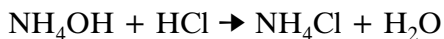
**B.** Το μόριο του αζώτου ( $N_2$ ), λόγω του τριπλού ομοιοπολικού δεσμού που συνδέει τα άτομα ( $N \equiv N$ ), είναι εξαιρετικά σταθερό. Η αμμωνία ( $NH_3$ ) συμπεριφέρεται ως βάση (πρωτονιοδέκτης), ενώ οι τρεις ομοιοπολικοί δεσμοί  $N-H$  είναι πολωμένοι (το άζωτο είναι πιο ηλεκτραρνητικό από το υδρογόνο). Έτσι, η αμμωνία διαλύεται εύκολα στο νερό (έναν πολικό διαλύτη) και αποτελεί η ίδια καλό διαλύτη για πολλές χημικές ενώσεις. Στη βιομηχανία η αμμωνία παράγεται συνθετικά και κατά το μεγαλύτερο μέρος χρησιμοποιείται για την παραγωγή αζωτούχων λιπασμάτων.

Ο ογκομετρικός προσδιορισμός της περιεκτικότητας διαλύματος αμμωνίας ( $NH_4OH$ ) βασίζεται στην πλήρη εξουδετέρωση της περιεχόμενης αμμωνίας από υδροχλωρικό οξύ σε περίσσεια

### 8.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

### 8.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ<sup>3</sup>

και εν συνεχεία στην πλήρη εξουδετέρωση της περίσσειας του υδροχλωρικού οξέος από υδροξείδιο του νατρίου:



#### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Κωνική φιάλη με εσφυρισμένο πώμα.
2. Σιφώνια.
3. Προχοΐδα.

#### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Πυκνό διάλυμα αμμωνίας (περιεκτικότητας από 20% μ/μ έως 30% μ/μ περίπου).
2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 1 M.
3. Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 1 M.
4. Διάλυμα δείκτη ερυθρού του μεθυλίου (50 mg σκόνης ερυθρού του μεθυλίου διαλύονται σε μείγμα 1,86 ml διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 0,1 M και 50 ml αιθανόλης, και το διάλυμα αραιώνεται στα 100 ml με απεσταγμένο νερό).

1. Σε φιάλη με εσφυρισμένο πώμα τοποθετήστε 50 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 1 M.
2. Ζυγίστε με ακρίβεια τη φιάλη με το διάλυμα.
3. Προσθέστε 2 ml του διαλύματος αμμωνίας άγνωστης περιεκτικότητας.
4. Ξαναζυγίστε τη φιάλη με το νέο διάλυμα.
5. Προσθέστε ως δείκτη 0,1 ml διαλύματος ερυθρού του μεθυλίου (οπότε το διάλυμα χρωματίζεται κόκκινο).

3. Η μέθοδος της ογκομέτρησης που περιγράφεται στη συνέχεια αποτελεί **μη εξειδικευμένη** μέθοδο ποσοτικού προσδιορισμού (δηλαδή δεν ποσοτικοποιεί μόνο την αμμωνία αλλά και οποιαδήποτε άλλη βάση που τυχόν περιέχεται στο τιτλοδοτούμενο δείγμα). Για το λόγο αυτό δεν είναι κατάλληλη για ποσοτικό προσδιορισμό ενός τυχόν διαλύματος αμμωνίας (το οποίο δεν αποτελεί αντιδραστήριο αμμωνίας).



6. Ογκομετρήστε το διάλυμα (ουσιαστικά την περίσσεια του υδροχλωρικού οξέος) με διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου 1 M, μέχρι να αλλάξει το χρώμα από κόκκινο σε κίτρινο. Η ογκομέτρηση γίνεται με προσθήκη του τιτλοδότη κατά σταγόνες και με ταυτόχρονη ανακίνηση του διαλύματος.
7. Αφαιρέστε τον αριθμό των ml του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου 1 M που καταναλώθηκαν από τα 50 ml του διαλύματος του υδροχλωρικού οξέος 1 M που προστέθηκαν και υπολογίστε τη διαφορά.  
1 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 1 M που καταναλώθηκε για την εξουδετέρωση της αμμωνίας αντιστοιχεί σε 17,3 mg  $\text{NH}_3$ .
8. Υπολογίστε την εκατοστιαία περιεκτικότητα μ/μ του διαλύματος της αμμωνίας.



## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

### ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΜΜΩΝΙΑΣ

Όνοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

- ① Περιγράψτε τη βασική αρχή των ογκομετρικών αναλύσεων και τα είδη των αντιδράσεων που χρησιμοποιούνται.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ② Ποια η διαφορά μεταξύ τελικού σημείου και ισοδύναμου σημείου σε μια ογκομέτρηση;

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ③ (α) Να βρεθεί η συγκέντρωση διαλύματος  $\text{NaOH}$ , αν για την ογκομέτρηση 40 ml του διαλύματος αυτού απαιτήθηκαν 56 ml διαλύματος  $\text{HCl}$  0,1M. (β) Πόσα ml αυτού του διαλύματος  $\text{HCl}$  ισοδυναμούν με 1.000 ml του διαλύματος  $\text{NaOH}$ ;

[illegible]

- ④ 0,60 g δείγματος που περιέχει ιόντα  $\text{Cl}^-$  ογκομετρείται με 25 ml διαλύματος  $\text{AgNO}_3$  συγκέντρωσης 0,2 M. (α) Υπολογίστε την εκατοστιαία περιεκτικότητα του δείγματος σε  $\text{Cl}^-$ . (β) Αν τα ιόντα  $\text{Cl}^-$  υφίστανται στο δείγμα με τη μορφή του  $\text{CaCl}_2$ , υπολογίστε την εκατοστιαία περιεκτικότητα του δείγματος σε  $\text{CaCl}_2$ .

[illegible]

- ⑤ Στο βήμα 8. της πειραματικής διαδικασίας αναφέρεται ότι 1 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 1 M που καταναλώθηκε για την εξουδετέρωση της αμμωνίας αντιστοιχεί σε 17,3 mg  $\text{NH}_3$ . Πώς αιτιολογείτε το γεγονός αυτό;

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ⑥ Με βάση τα πειραματικά αποτελέσματα συμπληρώστε τον ακόλουθο πίνακα:

Μάζα φιάλης με διάλυμα HCl (mg)	
Μάζα φιάλης με HCl και $\text{NH}_3$ (mg)	
Μάζα διαλύματος αμμωνίας (mg)	
Αρχική ένδειξη προχοϊδας (ml)	
Τελική ένδειξη προχοϊδας (ml)	
Ποσότητα διαλύματος NaOH που καταναλώθηκε (ml)	
Ποσότητα διαλύματος HCl που περίσσεψε (ml)	
Ποσότητα διαλύματος HCl που χρησιμοποιήθηκε για την εξουδετέρωση (ml)	
Ισοδύναμη ποσότητα αμμωνίας (mg)	
Περιεκτικότητα % μ/μ διαλύματος αμμωνίας	



## 9<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

### ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΕΣ ΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΤΟΥ ΝΙΤΡΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ

#### 9.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι η διαπίστωση ορισμένων χαρακτηριστικών χημικών ιδιοτήτων του νιτρικού οξέος (αντίδραση οξέος-βάσης, επίδραση σε μέταλλο, οξείδωση αμετάλλου).

#### 9.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Σε υψηλή θερμοκρασία είναι δυνατή η οξείδωση του σταθερού μορίου του αζώτου ( $\text{N}_2 + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{NO}$ ). Σε υψηλή θερμοκρασία και πίεση και με παρουσία καταλύτη είναι δυνατή η οξείδωση και της αμμωνίας ( $4\text{NH}_3 + 5\text{O}_2 \rightarrow 4\text{NO} + 6\text{H}_2\text{O}$ ). Το παραγόμενο μονοξείδιο του άνθρακα από τις αντιδράσεις αυτές μπορεί να οξειδωθεί περαιτέρω προς διοξείδιο του αζώτου ( $2\text{NO} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{NO}_2$ ), το οποίο αντιδρώντας με νερό σχηματίζει τελικά νιτρικό οξύ ( $3\text{NO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{HNO}_3 + \text{NO}$ ).

Το νιτρικό οξύ είναι δυνατόν, μέσω της παραπάνω σειράς χημικών αντιδράσεων, να σχηματιστεί στην ατμόσφαιρα ως αποτέλεσμα της ατμοσφαιρικής ρύπανσης, συντελώντας έτσι στην εμφάνιση του ανεπιθύμητου φαινομένου της όξινης βροχής.

Η κύρια εφαρμογή του βιομηχανικώς παραγόμενου νιτρικού οξέος αφορά την παραγωγή νιτρικών λιπασμάτων. Το νιτρικό οξύ χρησιμοποιείται επίσης στη βιομηχανία εκρηκτικών (νιτροκυτταρίνη, τρινιτροτολουόλιο κ.τ.λ.).

Το νιτρικό οξύ αντιδρά με οξέα και με όξινα οξείδια (**αντιδράσεις οξέος-βάσης**) και σχηματίζει νιτρικά άλατα.

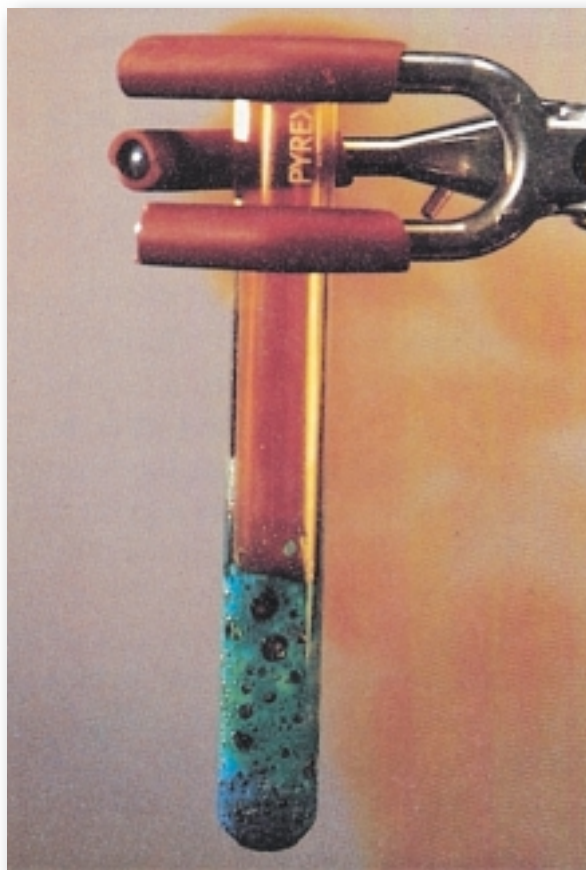
Παράλληλα, είναι **ισχυρό οξειδωτικό**: κατά την οξείδωση αμετάλλων ανάγεται προς  $\text{NO}_2$ , ενώ κατά την οξείδωση των μετάλλων προς νιτρικά άλατα των μετάλλων ανάγεται προς  $\text{NO}$

1. Βλ. σχετικά 6ο Κεφάλαιο (Αμμωνία και Νιτρικό Οξύ) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη Ιου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).





*Το τρινιτροτολουόλιο χρησιμοποιείται ως εκρηκτικό για εξόρυξη ασβεστόλιθου.*



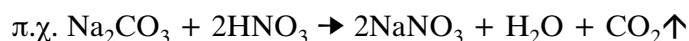
*Επίδραση πυκνού διαλύματος νιτρικού οξέος σε χαλκό (πράσινο χρώμα: νιτρικός χαλκός, καστανό χρώμα: διοξείδιο του αζώτου).*

### 9.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

### 9.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

(το αραιό νιτρικό οξύ) ή  $\text{NO}_2$  (το πυκνό νιτρικό οξύ). Χαρακτηριστικά αναφέρεται ότι, ενώ κατά τη διάλυση πολλών δραστικών μετάλλων σε άλλα οξέα εκλύεται υδρογόνο, κατά τη διάλυση σε νιτρικό οξύ δε συμβαίνει κάτι τέτοιο (οι σχηματιζόμενες αναγωγικές ενώσεις οξειδώνονται αμέσως λόγω της υψηλής οξειδωτικής ισχύος του νιτρικού οξέος).

Επιπλέον, το νιτρικό οξύ συμμετέχει σε αντιδράσεις **διπλής αντικατάστασης**:



#### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Γυάλινη ράβδος.
2. Δοκιμαστικοί σωλήνες.
3. Ποτήρι ζέσεως.

#### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Διάλυμα αμμωνίας συγκέντρωσης 15 M.
2. Διάλυμα νιτρικού οξέος συγκέντρωσης 15 M.
3. Χάλκινοι βόλοι.
4. Θείο.
5. Διάλυμα χλωριούχου βαρίου συγκέντρωσης 1 M.

#### A. Αντίδραση οξέος-βάσης

1. Τοποθετήστε σε δοκιμαστικό σωλήνα 6 ml διαλύματος νιτρικού οξέος 15 M.
2. Βυθίστε την άκρη γυάλινης ράβδου σε διάλυμα αμμωνίας 15 M.
3. Κρατήστε την άκρη της ράβδου πάνω από το στόμιο του δοκιμαστικού σωλήνα.

#### B. Επίδραση νιτρικού οξέος σε μέταλλο

1. Τοποθετήστε σε δοκιμαστικό σωλήνα 3 μικρούς χάλκινους βόλους.
2. Προσθέστε 3 ml διαλύματος νιτρικού οξέος 15 M.
3. Παρατηρήστε το σχηματισμό αερίου.

4. Διακόψτε τη χημική αντίδραση γεμίζοντας το δοκιμαστικό σωλήνα με νερό.
5. Σημειώστε το χρώμα του διαλύματος.

***Γ. Οξείδωση αμετάλλου από το νιτρικό οξύ***

1. Τοποθετήστε σε δοκιμαστικό σωλήνα 5 ml διαλύματος νιτρικού οξέος 15 M.
2. Προσθέστε στο δοκιμαστικό σωλήνα 1 μικρό βόλο θείου.
3. Θερμάνετε το μείγμα, ώσπου να διαλυθεί το θείο (διακόψτε τη θέρμανση πριν από το βρασμό).
4. Τοποθετήστε σε ποτήρι ζέσεως 10 ml απεσταγμένου νερού.
5. Μεταφέρετε το διάλυμα από το δοκιμαστικό σωλήνα στο ποτήρι ζέσεως.
6. Προσθέστε στο ποτήρι ζέσεως λίγες σταγόνες διαλύματος χλωριούχου βαρίου 1 M.

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

### ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΕΣ ΧΗΜΙΚΕΣ ΑΝΤΙΔΡΑΣΕΙΣ ΤΟΥ ΝΙΤΡΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ

Όνοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

- ① Τι παρατηρείτε μετά την εκτέλεση του πειράματος Α; Γράψτε την εξίσωση της χημικής αντίδρασης που πραγματοποιείται.

.....

.....

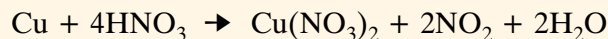
.....

.....

.....

.....

- ② Η εξίσωση της χημικής αντίδρασης που πραγματοποιείται κατά την εκτέλεση του πειράματος Β είναι η ακόλουθη:



Πού οφείλεται ο χρωματισμός του τελικού διαλύματος;

.....

.....

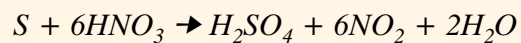
.....

.....

.....

.....

- ③ Η εξίσωση της χημικής αντίδρασης που πραγματοποιείται κατά την εκτέλεση του πειράματος Γ είναι η εξής:



Πού οφείλεται το φαινόμενο που παρατηρείται μετά την προσθήκη σταγόνων  $BaCl_2$ ;

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....



## 10<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

### ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ NaCl: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΑΔΙΑΛΥΤΩΝ ΣΤΟ ΝΕΡΟ ΣΥΣΤΑΤΙΚΩΝ ΣΕ ΟΡΥΚΤΟ ΑΛΑΤΙ

#### 10.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο προσδιορισμός των αδιάλυτων στο νερό συστατικών του ορυκτού αλάτος (χλωριούχου νατρίου).

#### 10.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Τα αδιάλυτα στο νερό συστατικά του αλάτος αποτελούνται κυρίως από πυριτικά άλατα, καθώς και από θειικά άλατα ασβεστίου και μαγνησίου. Ο προσδιορισμός τους είναι απαραίτητος, για να μπορεί να υπολογιστεί ο βαθμός καθαρότητας του αλάτος.

Σημειώνεται ότι η αναλυτική εργασία με κεκορεσμένη άλμη είναι δυσχερής λόγω της κρυστάλλωσης του αλάτος στο διάλυμα. Για το λόγο αυτό ο προσδιορισμός των αδιάλυτων στο νερό συστατικών του αλάτος γίνεται με προσθήκη ποσότητας αλάτος στο νερό η οποία αντιστοιχεί σε συγκέντρωση ελάχιστα χαμηλότερη της κεκορεσμένης άλμης, κάτι που δεν επιδρά στον προσδιορισμό των αδιάλυτων συστατικών.

#### 10.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

##### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Αναλυτικός ζυγός.
2. Ποτήρι ζέσεως των 400 ml.
3. Ογκομετρικοί κύλινδροι των 100 και των 10 ml.
4. Χωνευτήριο GOOCH με ίνες αμιάντου.
5. Ηλεκτρικός αναδευτήρας ή γυάλινη ράβδος ανάδευσης.
6. Πυριατήριο.
7. Ξηραντήρας.

1. Βλ. σχετικά 7ο Κεφάλαιο (Βιομηχανικά Προϊόντα με πρώτη ύλη το Χλωριούχο Νάτριο) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).



*Ορυχείο χλωριούχου νατρίου.*

#### 10.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

##### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Ορυκτό NaCl.
2. Απεσταγμένο νερό.

1. Τοποθετήστε 50 g δείγματος μέσα σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml και προσθέστε 200 ml απεσταγμένου νερού. Βράστε το δείγμα για περίπου 10 min.
2. Διαλύστε το δείγμα αναδεύοντας για 5 min με ηλεκτρικό αναδευτήρα ή με γυάλινη ράβδο.
3. Διηθήστε τα αδιάλυτα συστατικά σε ένα ζυγισμένο χωνευτήριο GOOCH με ίνες αμιάντου το οποίο έχει ξηρανθεί στους 750 °C.
4. Μεταφέρετε τα αδιάλυτα συστατικά από το ποτήρι ζέσεως στο χωνευτήριο GOOCH πλένοντας το ποτήρι ζέσεως τρεις φορές (κάθε φορά με 8 έως 10 ml απεσταγμένου νερού).
5. Ξεπλύνετε τα αδιάλυτα συστατικά στο χωνευτήριο GOOCH έξι φορές με απεσταγμένο νερό (με 8 έως 10 ml κάθε φορά).
6. Τοποθετήστε το χωνευτήριο με τα αδιάλυτα συστατικά σε πυριατήριο, στους 105 έως 110 °C, για 2 ώρες. Ζυγίστε το ξανά, μετά την ψύξη του σε ξηραντήρα. Η αύξηση του βάρους του χωνευτηρίου GOOCH δίνει το βάρος των αδιάλυτων στο νερό συστατικών του άλατος.
7. Υπολογίστε την εκατοστιαία περιεκτικότητα του άλατος σε αδιάλυτα στο νερό συστατικά από τον τύπο:

$$\% \text{ αδιάλυτα} = \frac{(W_2 - W_1) \times 100}{W}$$

όπου:  $W_1$  = Αρχική μάζα χωνευτηρίου,  
 $W_2$  = Τελική μάζα χωνευτηρίου,  
 $W$  = Μάζα δείγματος.

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

### ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ NaCl: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΑΔΙΑΛΥΤΩΝ ΣΤΟ ΝΕΡΟ ΣΥΣΤΑΤΙΚΩΝ ΣΕ ΟΡΥΚΤΟ ΑΛΑΤΙ

Όνοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

- ① Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα:

Αρχική μάζα χωνευτηρίου, $W_1$	
Τελική μάζα χωνευτηρίου, $W_2$	
Μάζα δείγματος, $W$	

- ② Χρησιμοποιώντας τις τιμές των  $W_1$ ,  $W_2$  και  $W$  του παραπάνω πίνακα να υπολογίσετε την % περιεκτικότητα των αδιάλυτων στο νερό συστατικών του δείγματος.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ③ Για ποιο λόγο η ζύγιση του χωνευτηρίου μετά τη πύρωσή του γίνεται αφού αυτό ψυχθεί σε ξηραντήρα;

.....

.....

.....

.....

.....

.....

## 11<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

### ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ NaCl: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ SiO<sub>2</sub> ΣΕ ΟΡΥΚΤΟ ΑΛΑΤΙ

#### 11.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο ποσοτικός προσδιορισμός της περιεκτικότητας ορυκτού αλάτος σε οξείδιο του πυριτίου (SiO<sub>2</sub>).

#### 11.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Ο ακόλουθος προσδιορισμός στηρίζεται στο γεγονός ότι το SiO<sub>2</sub> παραμένει αδιάλυτο ακόμα και σε ισχυρώς όξινο περιβάλλον, στο οποίο οι υπόλοιπες προσμείξεις διαλύονται. Στην αύξηση της διαλυτότητας των προσμείξεων συμβάλλει, πέρα από την οξύτητα, και η παρουσία περίσσειας ιόντων χλωρίου.

#### 11.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

##### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Αναλυτικός ζυγός.
2. Θερμαντική πλάκα.
3. Ποτήρι ζέσεως των 400 ml.
4. Ογκομετρικός κύλινδρος των 100 ml.
5. Χωνί διήθησης με ηθμό Whatman No 2.
6. Χωνευτήριο πορσελάνης.
7. Φούρνος.
8. Ξηραντήρας
9. Ύαλος ωρολογίου.

##### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Ορυκτό NaCl.
2. Διάλυμα HCl 1:3 (Παρασκευάζεται με ανάμειξη 50 ml πυκνού διαλύματος HCl με 150 ml απεσταγμένου νερού).
3. Διάλυμα AgNO<sub>3</sub>.

1. Βλ. σχετικά 7ο Κεφάλαιο (Βιομηχανικά Προϊόντα με πρώτη ύλη το Χλωριούχο Νάτριο) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).



### 11.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

1. Ζυγίστε 33,3 g αρκετά κονιοποιημένου άλατος μέσα σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml.
2. Προσθέστε 200 ml διαλύματος HCl 1:3. Καλύψτε το ποτήρι ζέσεως με ύαλο ωρολογίου και θερμάνετε το μέχρι βρασμού.
3. Συνεχίστε τον ήπιο βρασμό επί 10 min.
4. Απομακρύνετε το ποτήρι από την πηγή θερμότητας και αφήστε το για 5 min να ψυχθεί.
5. Διηθήστε το περιεχόμενο του ποτηριού χρησιμοποιώντας ηθμό Whatman No 2.
6. Εκπλύνετε το ίζημα με μικρές ποσότητες θερμού νερού ώσπου να απομακρυνθούν τα ιόντα χλωρίου. (Έλεγχος με διάλυμα  $\text{AgNO}_3$ : Στο υγρό έκπλυσης προσθέστε μερικές σταγόνες διαλύματος  $\text{AgNO}_3$ , έως ότου αυτό να μη θολώνει, δηλαδή να μην παράγεται λευκό ίζημα  $\text{AgCl}$ ).
7. Μετά την ξήρανση τοποθετήστε το ίζημα μέσα σε χωνευτήριο πορσελάνης, ώστε να πυρωθεί στους 750 °C. (Το χωνευτήριο πρέπει να προζυγιστεί, αφού προηγουμένως πυρωθεί στους 750 °C και ψυχθεί σε ξηραντήρα).
8. Ζυγίστε το ίζημα, αφού το αφήσετε να πυρωθεί για μία ώρα και να ψυχθεί σε ξηραντήρα.
9. Υπολογίστε την επί τοις εκατό περιεκτικότητα του δείγματος σε  $\text{SiO}_2$  από τον τύπο:

$$\text{SiO}_2 \% = \frac{(W_2 - W_1) \times 100}{W}$$

- όπου:  $W_1$  = Μάζα κενού χωνευτηρίου,  
 $W_2$  = Μάζα χωνευτηρίου με το ίζημα,  
 $W_3$  = Μάζα δείγματος.

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ NaCl:  
ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ SiO<sub>2</sub> ΣΕ ΟΡΥΚΤΟ ΑΛΑΤΙ

Ονοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

- ① Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα:

Μάζα κενού χωνευτηρίου, $W_1$	
Μάζα χωνευτηρίου μαζί με το ίζημα, $W_2$	
Μάζα δείγματος, $W_3$	

- ② Χρησιμοποιώντας τις τιμές των  $W_1$ ,  $W_2$  και  $W_3$  του παραπάνω πίνακα να υπολογίσετε την % περιεκτικότητα του SiO<sub>2</sub> στο δείγμα.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ③ Για ποιο λόγο είναι προτιμότερη η χρησιμοποίηση του διαλύματος HCl για την αύξηση της οξύτητας από τη χρησιμοποίηση ενός διαλύματος οποιουδήποτε άλλου οξέος;

.....

.....

.....

.....

.....

.....





## 12<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

### ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΥΓΡΑΣΙΑΣ ΣΕ ΟΡΥΚΤΟ ΑΛΑΤΙ

#### 12.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο ποσοτικός προσδιορισμός της υγρασίας σε ορυκτό αλάτι (NaCl).

#### 12.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ

Ο προσδιορισμός υγρασίας του άλατος είναι απαραίτητος για τον υπολογισμό της καθαρότητας των φορτίων άλατος που παραλαμβάνονται από τις μονάδες επεξεργασίας. Για να επιτευχθεί ο προσδιορισμός αυτός γίνεται κονιοποίηση του άλατος, ώστε το δείγμα που θα ληφθεί να είναι αρκετά λεπτόκοκκο, και έτσι να είναι δυνατή η πλήρης ξήρανση και, επομένως, ο προσδιορισμός της περιεχόμενης υγρασίας.

#### 12.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

##### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Αναλυτικός ζυγός.
2. Φιαλίδιο ζύγισης.
3. Κόσκινο 14 MESH.
4. Ποτήρι ζέσεως των 400 ml.
5. Πυριατήριο.
6. Ξηραντήρας.
7. Σπάτουλα.

##### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Ορυκτό NaCl.

#### 12.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

1. Κονιοποιήστε 50 g περίπου ορυκτού άλατος, κοσκινίστε το από κόσκινο 14 MESH και ανακατέψτε το με σπάτουλα, μέσα σε ποτήρι ζέσεως των 400 ml, ώσπου να το ομογενοποιήσετε.

---

1. Βλ. σχετικά 7ο Κεφάλαιο (Βιομηχανικά Προϊόντα με πρώτη ύλη το Χλωριούχο Νάτριο) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).

2. Τοποθετήστε περίπου 1 έως 2 g κονιοποιημένου δείγματος σε ξηρό, προζυγισμένο φιαλίδιο ζύγισης.
3. Ζυγίστε το δείγμα και θερμάνετε το στους 105°C περίπου, για μία ώρα, στο πυριατήριο.
4. Τοποθετήστε το στον ξηραντήρα και αφήστε το να ψυχθεί.
5. Ζυγίστε ξανά το δείγμα μετά την ψύξη του.
6. Υπολογίστε την επί τοις εκατό υγρασία από τον τύπο:

$$\% \text{ υγρασία} = \frac{(W_1 - W_2) \times 100}{W_1}$$

όπου:  $W_1$  = Μάζα δείγματος πριν από την ξήρανση,  
 $W_2$  = Μάζα δείγματος μετά την ξήρανση.

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

## ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΥΓΡΑΣΙΑΣ ΣΕ ΟΡΥΚΤΟ ΑΛΑΤΙ

Ονοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

① Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα:

	Πριν από την ξήρανση, $W_1$	Μετά την ξήρανση, $W_2$
Μάζα δείγματος		

② Να υπολογίσετε την % υγρασία του δείγματος χρησιμοποιώντας τις τιμές των  $W_1$  και  $W_2$  του παραπάνω πίνακα.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....



### 13<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

## ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΦΩΣΦΟΡΙΚΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ: ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΥΔΑΤΟΔΙΑΛΥΤΟΥ ΦΩΣΦΟΡΟΥ

### 13.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο προσδιορισμός της περιεκτικότητας όλων των εκχυλισμάτων λιπασμάτων (συμπεριλαμβανομένων και των σύνθετων) σε υδατοδιαλυτό φωσφόρο.

### 13.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Ύστερα από ενδεχόμενη υδρόλυση των διάφορων μορφών του φωσφόρου (όλων εκτός των ορθοφωσφορικών)<sup>2</sup> προς ορθοφωσφορικά ιόντα, τα ορθοφωσφορικά ιόντα καθιζάνουν σε όξινο περιβάλλον υπό μορφή φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης. Μετά από διήθηση και έκπλυση, το ίζημα ξηραίνεται στους 250 °C και ζυγίζεται.

Υπό τις καθορισμένες συνθήκες, καμία παρεμπόδιση δεν εμφανίζεται από τις ενώσεις που μπορούν να παρευρίσκονται στο διάλυμα (ανόργανα και οργανικά οξέα, ιόντα αμμωνίου κτλ.), αν χρησιμοποιείται για την καταβύθιση αντιδραστήριο με βάση το μολυβδαινικό νάτριο ή το μολυβδαινικό αμμώνιο.

### 13.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

#### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Κόσκινο με διάμετρο οπών 0,5 mm.
2. Ιγδίο (γουδί) από πορσελάνη.
3. Περιστροφικός αναδευτήρας ταχύτητας 35-40 rpm.
4. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml.
5. Κωνική φιάλη των 500 ml.
6. Σιφώνια ακριβείας των 10, 25 και 50 ml.

1. Βλ. σχετικά 8ο Κεφάλαιο (Λιπάσματα) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη 1ου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).  
2. Φωσφόρος διαλυτός στα ανόργανα οξέα, φωσφόρος διαλυτός στο νερό, σε διαλύματα κιτρικού αμμωνίου, φωσφόρος διαλυτός σε κιτρικό οξύ 2% και φωσφόρος διαλυτός σε μυρμηκικό οξύ 2%.





*Η λογική χρήση λιπασμάτων αυξάνει την απόδοση της γεωργικής παραγωγής.*

7. Γυάλινος ηθμός με διάμετρο πόρων από 5 έως 20  $\mu$ .
8. Φιάλη διήθησης υπό κενό.
9. Πυριατήριο ρυθμιζόμενο στους  $250 \pm 10$   $^{\circ}\text{C}$ .
10. Διηθητικό χωνί από φρυγμένο γυαλί με διάμετρο πόρων από 5 έως 20  $\mu$ .

## **B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:**

1. Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.
2. Καθαρό πυκνό διάλυμα νιτρικού οξέος ( $d_{20} = 1,40$ ).
3. Καθαρό δισόξινο φωσφορικό κάλιο για ανάλυση (p.a.).
4. Αντιδραστήριο με βάση το μολυβδαινικό νάτριο.

Παρασκευή του αντιδραστηρίου:

*Διάλυμα Α:* Διαλύστε 70 g μολυβδαινικό νάτριο (διένυδρο) σε 100 ml απεσταγμένου νερού.

*Διάλυμα Β:* Διαλύστε 60 g καθαρού μονοένυδρου κιτρικού οξέος σε 100 ml απεσταγμένου νερού και προσθέστε 85 ml πυκνού διαλύματος νιτρικού οξέος.

*Διάλυμα Γ:* Προσθέστε υπό ανάδευση το διάλυμα Α στο διάλυμα Β, για να ληφθεί το διάλυμα Γ.

*Διάλυμα Δ:* Σε 50 ml απεσταγμένου νερού προσθέστε 35 ml πυκνού διαλύματος νιτρικού οξέος και κατόπιν 5 ml καθαρής κινολίνης προσφάτως απεσταγμένης. Προσθέστε το παραπάνω διάλυμα στο διάλυμα Γ, ομογενοποιήστε προσεκτικά και αφήστε το σε ηρεμία για μία νύχτα στο σκοτάδι. Κατόπιν, συμπληρώστε μέχρι τα 500 ml με απεσταγμένο νερό, ομογενοποιήστε ξανά και διηθήστε με διηθητικό χωνί.

5. Αντιδραστήριο με βάση το μολυβδαινικό αμμώνιο.

Παρασκευή του αντιδραστηρίου:

*Διάλυμα Α:* Διαλύστε 100 g μολυβδαινικού αμμωνίου για ανάλυση (p.a.) θερμαίνοντας ήπια και αναδεύοντας περιστασιακά σε 300 ml απεσταγμένου νερού.

*Διάλυμα Β:* Διαλύστε 120 g καθαρού μονοένυδρου κιτρικού οξέος σε 200 ml απεσταγμένου νερού και προσθέστε 170 ml πυκνού διαλύματος νιτρικού οξέος.

### 13.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

*Διάλυμα Γ:* Σε 70 ml πυκνού διαλύματος νιτρικού οξέος προσθέστε 10 ml καθαρής κινολίνης προσφάτως απεσταγμένης.

*Διάλυμα Δ:* Προσθέστε αργά, αναδεύοντας καλά, το διάλυμα Α στο διάλυμα Β. Αφού το διάλυμα που θα προκύψει ομογενοποιηθεί προσεκτικά, προσθέστε το διάλυμα Γ και συμπληρώστε μέχρι όγκου 1 l. Αφήστε το σε ηρεμία επί 48 ώρες στο σκοτάδι και διηθήστε με διηθητικό χωνί.

*Τα αντιδραστήρια 3 και 4 είναι ισοδύναμης εφαρμογής: και τα δύο πρέπει να διατηρούνται στο σκοτάδι μέσα σε φιάλες από πολυαιθυλένιο κλεισμένες ερμητικά.*

#### *A. Προπαρασκευή του δείγματος*

Η προπαρασκευή του δείγματος για ανάλυση είναι μια ακολουθία κοσκινισμάτων και λειοτριβήσης, με τέτοιο τρόπο, ώστε το τελικό δείγμα λιπάσματος που χρησιμοποιείται στην ανάλυση να είναι αντιπροσωπευτικό του αρχικού, και να διευκολύνεται η διάλυσή του στα διάφορα αντιδραστήρια εκχύλισης. Δε λειοτριβούνται λιπάσματα που αποσυντίθενται με την αύξηση της θερμοκρασίας ή είναι εκρηκτικά.

1. Κοσκινίστε μέρος του λιπάσματος με κόσκινο που έχει διάμετρο οπών 0,5 mm.
2. Λειοτριβήστε το υπόλοιπο ελαφρά, ώστε το τελικό προϊόν να κοσκινίζεται. Η λειοτριβήση πρέπει να πραγματοποιείται σε τέτοιες συνθήκες και με τέτοιο τρόπο, ώστε να μην αυξάνεται η θερμοκρασία του λιπάσματος.
3. Επαναλάβετε την εργασία αυτή όσες φορές χρειάζεται, ώσπου να κοσκινίζεται πλήρως όλο το προς ανάλυση υλικό.
4. Πριν από τη ζύγιση ομογενοποιήστε το σύνολο του λειοτριβμένου δείγματος.

**B. Εκχύλιση υδατοδιαλυτού φωσφόρου**

1. Ζυγίστε 1 ή 5 g προπαρασκευασθέντος δείγματος (με ακρίβεια  $\pm 0,001$  g) και εισάγετέ τα στην ογκομετρική φιάλη των 500 ml.
2. Στη συνέχεια προσθέστε 450 ml νερού σε θερμοκρασία 20-25°C.
3. Αναδεύσετε στον περιστροφικό αναδευτήρα επί 30 min και στη συνέχεια συμπληρώστε μέχρι τη χαραγή με νερό.
4. Ομογενοποιήστε προσεκτικά με ανάδευση και διηθήστε με πτυχωτό ξηρό ηθμό, απαλλαγμένο φωσφορικών, μέσα σε ξηρό δοχείο.

**Γ. Προσδιορισμός εκχυλισθέντος φωσφόρου**

1. Λάβετε με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος του λιπάσματος (βλ. πίνακα), που περιέχει 0,010 g περίπου  $P_2O_5$ , και εισαγάγετέ την σε κωνική φιάλη των 500 ml. Προσθέστε 15 ml πυκνού διαλύματος νιτρικού οξέος και αραιώστε με νερό μέχρι όγκου 100 ml περίπου.

**2. Υδροόλυση:**

Εάν υπάρχει υποψία για την παρουσία μεταφωσφορικών, πυροφωσφορικών ή πολυφωσφορικών στο διάλυμα, πραγματοποιήστε υδροόλυση κατά τον ακόλουθο τρόπο: Θερμάνετε το περιεχόμενο της κωνικής φιάλης έως ήπιου βρασμού και διατηρήστε το βρασμό μέχρι η υδροόλυση να είναι πλήρης (συνήθως μία ώρα είναι αρκετή). Προσέξτε να μην υπάρξουν απώλειες από εκτινάξεις, καθώς επίσης και από υπερβολική εξάτμιση, που θα μείωνε τον αρχικό όγκο πάνω από το μισό. Αυτά μπορεί να αποφευχθούν με τη χρησιμοποίηση, π.χ., συστήματος καθέτου ψυκτήρα. Μετά το τέλος της υδροόλυσης επαναφέρετε τον όγκο στον αρχικό με απεσταγμένο νερό.

**3. Προζύγιση του ηθμού:**

Τοποθετήστε τον ηθμό επί 15 min μέσα στο πυριατήριο για ξήρανση στους  $250 \pm 10$  °C. Προζυγίστε μετά από ψύξη μέσα στον ξηραντήρα.

**4. Καταβύθιση:**

Θερμάνετε το όξινο διάλυμα που περιέχεται στην κωνική φιάλη έως την έναρξη του βρασμού και κατόπιν προχωρήστε



στην καταβύθιση της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης, προσθέτοντας κατά σταγόνες και υπό συνεχή ανάδευση 40 ml του αντιδραστηρίου 3 ή 4. Τοποθετήστε τη φιάλη σε υδατόλουτρο με νερό που βράζει για 15 min αναδεύοντας σε τακτά διαστήματα. Διηθήστε αμέσως ή μετά από ψύξη.

**5. Διήθηση και έκπλυση:**

Διηθήστε μεταγγίζοντας υπό κενό. Εκπλύνετε το ίζημα στην κωνική φιάλη με 30 ml νερού. Μεταγγίστε το διάλυμα και διηθήστε. Επαναλάβετε την εργασία αυτή 5 φορές. Μεταφέρετε το υπόλοιπο του διηθήματος ποσοτικά στον ηθμό με μικρές προσθήκες νερού από υδροβολέα. Πλύνετε 4 φορές με 20 ml νερού συνολικά, προσθέτοντας το νερό της έκπλυσης μόνο ύστερα από πλήρη διήθηση. Στεγνώστε το ίζημα καλά.

**6. Ξήρανση και ζύγιση:**

Σκουπίστε το εξωτερικό του ηθμού με διηθητικό χαρτί. Τοποθετήστε τον ηθμό σε πυριατήριο και διατηρήστε τον, ώσπου να σταθεροποιηθεί το βάρος, σε θερμοκρασία  $250 \pm 10$  °C (συνήθως επί 15 min). Αφήστε να ψυχθεί μέσα στον ξηραντήρα σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και ζυγίστε γρήγορα.

**7. Τυφλός προσδιορισμός:**

Για κάθε σειρά προσδιορισμών εκτελέστε έναν τυφλό προσδιορισμό, χρησιμοποιώντας μόνο τα αντιδραστήρια και τους διαλύτες στις αναλογίες που χρησιμοποιούνται στην ανάλυση χωρίς τη χρήση δείγματος, και λάβετε υπόψη τα αποτελέσματα του τυφλού προσδιορισμού στον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

**8. Έλεγχος:**

Η άσκηση μπορεί να εκτελεστεί, προς έλεγχο της αναλυτικής τεχνικής, και με κατάλληλη ποσότητα ενός υδατικού διαλύματος δισόξινου φωσφορικού καλίου ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) για ανάλυση (p.a.). Η κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος πρέπει να περιέχει 0,010 g  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

**Δ. Έκφραση των αποτελεσμάτων**

Εάν χρησιμοποιούνται τα δοκίμια και οι αραιώσεις που υποδεικνύονται στον πίνακα, ο τύπος ο οποίος εφαρμόζεται είναι ο ακόλουθος:

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 \text{ του λιπάσματος} = (A - \alpha) \times F$$

ή

$$\% \text{P του λιπάσματος} = (A - \alpha) \times F'$$

όπου: A = βάρος σε g της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης,

$\alpha$  = βάρος σε g της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης του τυφλού,

F και F' = κατάλληλοι συντελεστές για το  $\text{P}_2\text{O}_5$  και P των δύο τελευταίων στηλών του πίνακα.



### ΠΙΝΑΚΑΣ

Προσδιορισμός των κατάλληλων ποσοτήτων των φωσφορικών διαλυμάτων για την καταβύθιση της φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης

% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> στο λίπασμα	%P στο λίπασμα	Δοκίμιο (g)	Αραίωση (ml)	Δείγμα προς αραίωση	Αραίωση (ml)	Δείγμα για την καταβύθιση (ml)	Συντελεστής F	Συντελεστής F'
5-10	2,2-4,4	1	500	–	–	50	32,074	13,984
		5	500	–	–	10	32,074	13,984
10-25	4,4-11,0	1	500	–	–	25	64,148	27,968
		5	500	50	500	50	64,148	27,968
+25	+11	1	500	–	–	10	160,370	69,921
		5	500	50	500	25	128,296	55,937

**ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ****ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΦΩΣΦΟΡΙΚΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ:  
ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΥΔΑΤΟΔΙΑΛΥΤΟΥ ΦΩΣΦΟΡΟΥ**

Ονοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

① Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα:

Μάζα φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης, A	
Μάζα φωσφορομολυβδαινικής κινολίνης του τυφλού, α	
Συντελεστής F	
Συντελεστής F'	

② Υπολογίστε την % περιεκτικότητα του λιπάσματος σε P χρησιμοποιώντας τις τιμές των A, α και F' του παραπάνω πίνακα.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

③ Υπολογίστε την % περιεκτικότητα του λιπάσματος σε  $P_2O_5$  χρησιμοποιώντας τις τιμές των A, α και F του παραπάνω πίνακα.

.....

.....

.....

---

---

---

---

---

- ④ Σε ποια περίπτωση μπορούμε να παραλείψουμε την υδρόλυση του δείγματος μετά την εκχύλισή του;

---

---

---

---

---

---

---

## 14<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

### ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΑΖΩΤΟΥΧΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΑΜΜΩΝΙΑΚΟΥ ΑΖΩΤΟΥ

#### 14.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο ποσοτικός προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου σε όλα τα αζωτούχα λιπάσματα, συμπεριλαμβανομένων και των σύνθετων, στα οποία το άζωτο βρίσκεται αποκλειστικά υπό μορφή αμμωνιακών. Δεν εφαρμόζεται σε λιπάσματα που έχουν ουρία, κυαναμίδιο ή άλλες αζωτούχες οργανικές ενώσεις.

#### 14.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Πραγματοποιείται απελευθέρωση της αμμωνίας με περίσσεια NaOH, απόσταξη και δέσμευση της αμμωνίας σε γνωστό όγκο τιτλοδοτημένου διαλύματος θειικού οξέος και ογκομέτρησή<sup>2</sup> της περισσειας του οξέος με τιτλοδοτημένο διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου ή του καλίου.

#### 14.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

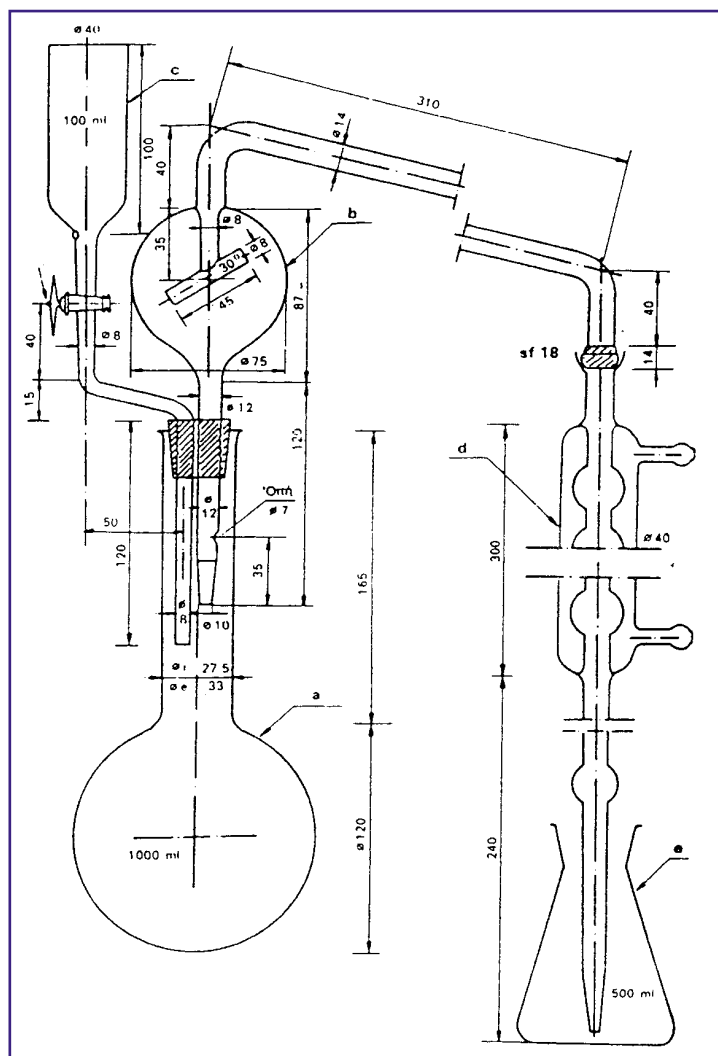
##### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Συσκευή απόσταξης αποτελούμενη από στρογγυλή φιάλη κατάλληλης χωρητικότητας, με στρογγυλό πυθμένα, συνδεδεμένη με ψυκτήρα μέσω σφαίρας απόσταξης με διάταξη τεθλασμένης διόδου, για να μην παρασυρθεί το υγρό (όπως παρουσιάζεται στο σχήμα).

##### Περιγραφή συσκευής απόσταξης

- Μακρύλαιμη και πλατύστομη σφαιρική φιάλη των 1.000 ml με στρογγυλό πυθμένα.
- Σωλήνας τροφοδότησης με σφαίρα ασφαλείας, εφοδιασμένος με σφαιρικό σύνδεσμο «18» στην έξοδο (ο σφαιρικός αυτός σύνδεσμος για τη συναρμολόγηση με τον ψυκτήρα

1. Βλ. σχετικά 8ο Κεφάλαιο (Λιπάσματα) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη Ιου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).  
2. Για περισσότερες λεπτομέρειες σχετικά με την ογκομέτρηση διαλυμάτων βλ. Εισαγωγή στην 8η εργαστηριακή άσκηση (Προσδιορισμός περιεκτικότητας διαλύματος αμμωνίας).



Συσκευή απόσταξης αμμωνίας.

μπορεί επίσης να αντικατασταθεί με ένα κατάλληλο ρακόρ από καουτσούκ).

- Χωνί με στρόφιγγα από τεφλόν για την εισαγωγή του διαλύματος NaOH (η στρόφιγγα μπορεί επίσης να αντικατασταθεί με ένα ρακόρ από καουτσούκ εφοδιασμένο με μια λαβίδα HOFFMANN).
- Ψυκτήρας με σφαίρες (6), εφοδιασμένος με σφαιρικό σύνδεσμο «18» στην έξοδο, μέσω ενός μικρού ρακόρ από καουτσούκ, με μία προέκταση από γυαλί (όταν η συναρμολόγηση στο σωλήνα τροφοδότησης πραγματοποιείται μέσω ενός σωλήνα από καουτσούκ, ο σφαιρικός σύνδεσμός θα αντικαθίσταται με πλατύστομο λαιμό κατάλληλης διαμέτρου).
- Κωνική φιάλη των 500 ml στην οποία συλλέγεται το απόσταγμα.

*Ο ανωτέρω εξοπλισμός κατασκευάζεται από γυαλί, που δεν απελευθερώνει αλκαλικές ουσίες στο απόσταγμα υπό τις συνθήκες λειτουργίας.*

2. Κόσκινο με διάμετρο οπών 0,5 mm.
3. Ιγδίο (γουνδί) από πορσελάνη.
4. Σιφώνια ακριβείας των 10, 20, 25, 50, 100 και 200 ml.
5. Ογκομετρική φιάλη των 500 ml.
6. Περιστροφικός αναδευτήρας ρυθμισμένος στις 35 έως 40 rpm.

#### **B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:**

1. Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό, απαλλαγμένο από διοξείδιο του άνθρακα και από αζωτούχες ενώσεις.
2. Αραιό διάλυμα HCl (αναμείξτε έναν όγκο διαλύματος HCl ( $d=1,18$ ) με έναν όγκο νερού).
3. Τίτλοδοτημένο διάλυμα  $H_2SO_4$  0,2 N.
4. Τίτλοδοτημένο διάλυμα NaOH 0,2 N, απαλλαγμένο από ανθρακικά.
5. Διάλυμα NaOH, απαλλαγμένο από αμμωνιακά, περιεκτικότητας 30% περίπου σε NaOH ( $d=1,33$ ).
6. **Διάλυμα μεικτού δείκτη**

*Διάλυμα A:* διαλύστε 1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 37 ml δια-



#### 14.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

λύματος NaOH 0,1 N και συμπληρώστε μέχρι όγκου 1 l με νερό.

*Διάλυμα B:* διαλύστε 1 g κυανού του μεθυλενίου σε νερό και συμπληρώστε μέχρι όγκου 1 l με νερό.

Ένας όγκος διαλύματος A αναμειγνύεται με δύο όγκους διαλύματος B.

Ο δείκτης αυτός σε όξινο διάλυμα είναι ιώδης, σε ουδέτερο διάλυμα γκριζός και σε αλκαλικό διάλυμα πράσινος. Από το διάλυμα αυτό του δείκτη χρησιμοποιούνται 0,5 ml (10 σταγόνες).

7. Κόκκοι ελαφρόπετρας πλυμένοι με υδροχλωρικό οξύ και πυρωμένοι.
8. Θεϊκό αμμώνιο για ανάλυση (p.a.).

##### *A. Προπαρασκευή του δείγματος*

Ακολουθήστε τη διαδικασία που περιγράφεται στη 13η Εργαστηριακή άσκηση.

**ΠΡΟΣΟΧΗ:** Δε λειοτριβούνται λιπάσματα όπως το θεϊκό αμμώνιο, τα νιτρικά άλατα του αμμωνίου με περιεκτικότητα μεγαλύτερη από 30% σε άζωτο, το νιτρικό ασβέστιο, το νιτρικό νάτριο, το νίτρο της Χιλής και άλλα νιτρικά άλατα.

##### *B. Προετοιμασία του διαλύματος για ανάλυση*

1. Ζυγίστε –σύμφωνα με τις υποδείξεις του πίνακα– ποσότητα 5 ή 7 ή 10 g προπαρασκευασθέντος δείγματος, με ακρίβεια  $\pm 0.001$  g και τοποθετήστε τη σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml.
2. Προσθέστε στη φιάλη 50 ml νερού και κατόπιν 20 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος. Αναδεύστε και αφήστε το διάλυμα σε ηρεμία, ώσπου να παύσει η ενδεχόμενη έκλυση διοξειδίου του άνθρακα.
3. Προσθέστε 400 ml νερού και αναδεύσετε με τον περιστροφικό αναδευτήρα για μισή ώρα. Συμπληρώστε μέχρι τη χαραγή με νερό, ομογενοποιήστε και διηθήστε με ξηρό φίλτρο σε ξηρό υποδοχέα.

##### *Γ. Ανάλυση του διαλύματος*

1. Μεταφέρετε εντός του δοχείου όπου συλλέγεται το απόσταγμα

ακριβώς τη μετρηθείσα ποσότητα τιτλοδοτημένου διαλύματος θειικού οξέος που υποδεικνύεται στον πίνακα.

2. Προσθέστε την ανάλογη ποσότητα του διαλύματος μεικτού δείκτη και, ενδεχομένως, νερό, για να ληφθεί όγκος τουλάχιστον ίσος με 50 ml. Το άκρο της προέκτασης που είναι συνδεδεμένη στην έξοδο του ψυκτήρα πρέπει να βρίσκεται κάτω από την επιφάνεια του διαλύματος.
3. Με τη βοήθεια σιφωνίου ακριβείας, πάρτε, σύμφωνα με τις οδηγίες του πίνακα, κατάλληλη ποσότητα του διαυγούς διαλύματος (περίπου 0,10 g) και τοποθετήστε την στη φιάλη απόσταξης της συσκευής. Προσθέστε νερό, για να ληφθεί συνολικός όγκος περίπου 350 ml, καθώς και μερικούς κόκκους ελαφρόπετρας για τη ρύθμιση του βρασμού.
4. Συναρμολογήστε τη συσκευή απόσταξης. Αφού πάρετε τις απαραίτητες προφυλάξεις ώστε να παρεμποδιστεί κάθε απώλεια αμμωνίας, προσθέστε στο περιεχόμενο απόσταξης 20 ml από το πυκνό διάλυμα NaOH. Θερμάνετε τη φιάλη προοδευτικά αποφεύγοντας μια πολύ βίαιη κένωση. Όταν αρχίσει ο βρασμός, η απόσταξη γίνεται με ταχύτητα περίπου 100 ml σε 10-15 min, ώσπου να γίνει ο συνολικός όγκος του αποστάγματος 250 ml περίπου<sup>3</sup>. Όταν δεν υπάρχει κανένας φόβος για απώλεια αμμωνίας, χαμηλώστε το δοχείο στο οποίο συλλέγεται το απόσταγμα μέχρι να έρθει το άκρο του ψυκτήρα πάνω από την επιφάνεια του υγρού.
5. Ελέγξτε με κατάλληλο αντιδραστήριο αν το απόσταγμα που διέρχεται περιέχει ακόμη αμμωνία. Εκπλύνετε το άκρο του ψυκτήρα με λίγο νερό και ογκομετρήστε την περίσσεια οξέος με το πρότυπο τιτλοδοτημένο διάλυμα NaOH.

#### 4. Έλεγχος

Η άσκηση μπορεί να εκτελεστεί, προς έλεγχο της αναλυτικής τεχνικής, και με κατάλληλη ποσότητα ενός υδατικού διαλύματος θειικού αμμωνίου  $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)$  για ανάλυση (p.a.). Η κατάλληλη ποσότητα του διαλύματος πρέπει να περιέχει περίπου 0,100 g αμμωνιακού αζώτου.

3. Ο ψυκτήρας πρέπει να ρυθμίζεται με τέτοιο τρόπο, ώστε να εξασφαλίζεται ροή ύδατος από συμπύκνωση. Η απόσταξη τείνει να πραγματοποιείται σε 30-40 min.

**Πίνακας:**  
**Προσδιορισμός του αμμωνιακού αζώτου των λιπασμάτων.**  
**Πίνακας ζυγίσεων, αραιώσεων και υπολογισμών**  
**(μέγιστη ποσότητα αμμωνιακού αζώτου για απόσταξη: 100 mg).**

Δηλούμενη περιεκτικότητα του λιπάσματος (N%)	Ζυγισθείσα ποσότητα (g)	Αραίωση (ml)	Δείγμα για την απόσταξη (ml)	Έκφραση αποτελέσματος <sup>4</sup> (N% = (50-A)×F)
0-5	10	500	100	$(50-A) \times 0,14$
5-10	10	500	50	$(50-A) \times 0,28$
10-15	7	500	50	$(50-A) \times 0,40$
15-20	5	500	50	$(50-A) \times 0,56$
20-40	7	500	20	$(50-A) \times 1,00$

#### **Ε. Έκφραση αποτελεσμάτων**

Το αναλυτικό αποτέλεσμα εκφράζεται ως % περιεκτικότητα του λιπάσματος σε αμμωνιακό άζωτο, όπως αυτό λαμβάνεται για την ανάλυση.

4. Για τον τύπο έκφρασης του αποτελέσματος:

50 = χιλιοστόλιτρα (ml) τιτλοδοτημένου διαλύματος θεικού οξέος, που πρέπει να προστεθούν στο δοχείο στο οποίο συλλέγεται το απόσταγμα,

A = χιλιοστόλιτρα (ml) τιτλοδοτημένου διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου, που χρησιμοποιούνται για την τελική ογκομέτρηση,

F = συντελεστής που περιλαμβάνει τη ζύγιση, την αραιώση, την κατάλληλη λαμβανομένη ποσότητα και το ογκομετρικό ισοδύναμο.



Διάφοροι τύποι αζωτούχων λιπασμάτων.

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

### ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΑΖΩΤΟΥΧΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΑΜΜΩΝΙΑΚΟΥ ΑΖΩΤΟΥ

Όνοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

- ① Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα:

Όγκος διαλύματος NaOH που χρησιμοποιείται στην ογκομέτρηση, A (ml)	
Συντελεστής F	

- ② Υπολογίστε την % περιεκτικότητα του λιπάσματος σε N χρησιμοποιώντας τις τιμές των A και F του παραπάνω πίνακα.

.....

.....

.....

.....

.....

- ③ Γράψτε τις χημικές εξισώσεις των αντιδράσεων εξουδετέρωσης που λαμβάνουν χώρα στο παραπάνω πείραμα.

.....

.....

.....

.....

.....



### 15<sup>η</sup> Εργαστηριακή άσκηση:

## ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΚΑΛΙΟΥΧΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΥΔΑΤΟΔΙΑΛΥΤΟΥ ΚΑΛΙΟΥ

### 15.1 ΣΚΟΠΟΣ ΤΟΥ ΠΕΙΡΑΜΑΤΟΣ

Σκοπός του πειράματος είναι ο ποσοτικός προσδιορισμός του υδατοδιαλυτού καλίου, υπό μορφή τετραφαινυλοβορικού καλίου, σε καλιούχα λιπάσματα.

### 15.2 ΕΙΣΑΓΩΓΙΚΕΣ ΓΝΩΣΕΙΣ<sup>1</sup>

Το κάλιο του δείγματος που προορίζεται για ανάλυση φέρεται για διάλυση στο νερό. Μετά από απομάκρυνση ή δέσμευση των ουσιών που μπορούν να παρεμποδίσουν τον ποσοτικό προσδιορισμό, το κάλιο καθιζάνει σε ασθενώς αλκαλικό περιβάλλον υπό μορφή τετραφαινυλοβορικού καλίου.

### 15.3 ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΑ

#### A. ΟΡΓΑΝΑ:

1. Κόσκινο με διάμετρο οπών 0,5 mm.
2. Ιγδίο (γουνδί) από πορσελάνη.
3. Ογκομετρικές φιάλες των 100, 600, 1.000 ml.
4. Σιφώνια ακριβείας των 10, 25 και 50 ml.
5. Γυάλινος ηθμός με διάμετρο πόρων από 5 έως 20  $\mu$ .
6. Ποτήρι ζέσεως των 250 ml.
7. Πυριατήριο ρυθμιζόμενο στους  $120 \pm 10$  °C.
8. Ξηραντήρας.

#### B. ΧΗΜΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ-ΥΛΙΚΑ:

1. Απεσταγμένο ή απιονισμένο νερό.
2. Φορμόλη για ανάλυση (διαυγές διάλυμα περιεκτικότητας 25-35% σε φορμαλδεΰδη).
3. Καθαρό KCl για ανάλυση (p.a.).
4. Διάλυμα NaOH συγκέντρωσης 10 N (χρησιμοποιείται μόνο NaOH για ανάλυση (p.a.) απαλλαγμένο από κάλιο).

1. Βλ. σχετικά 8ο Κεφάλαιο (Λιπάσματα) του βιβλίου με τίτλο: Χημική Τεχνολογία II (ΤΕΕ, Β' τάξη Ιου κύκλου, Τομέας Χημικών Εργαστηριακών Εφαρμογών).



## 15.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

5. Διάλυμα δείκτη: διαλύστε 0,5 g φαινολοφθαλεΐνης σε αιθανόλη 90% και συμπληρώστε μέχρι όγκου 100 ml.
6. Διάλυμα EDTA: διαλύστε σε νερό 4 g διένυδρου δινατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος  $\text{Na}_2(\text{H}_2\text{EDTA})$ , σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Συμπληρώστε μέχρι τη χαραγή με απεσταγμένο νερό και ομογενοποιήστε. Φυλάξτε το αντιδραστήριο αυτό σε πλαστικό δοχείο.
7. Διάλυμα STPB: σε 480 ml νερού διαλύστε 32,5 g τετραφαινυλβορικού νατρίου, προσθέστε 2 ml διαλύματος  $\text{NaOH}$  και 20 ml διαλύματος  $\text{MgCl}_2$  (100 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ανά λίτρο). Αναδεύσετε για 15 min και διηθήστε με ηθμό χωρίς τέφρα, με αργό ρυθμό. Φυλάξτε το αντιδραστήριο σε πλαστικό δοχείο.
8. Υγρό έκπλυσης: αραιώστε με νερό 20 ml του διαλύματος STPB μέχρι όγκου 1.000 ml.

### A. Προπαρασκευή δείγματος

Ακολουθήστε τη διαδικασία που περιγράφεται στη 13η Εργαστηριακή άσκηση.

Ζυγίστε 10 g προπαρασκευασθέντος δείγματος με ακρίβεια  $\pm 0.001$  (5 g για τα άλατα καλίου που περιέχουν περισσότερο από 50% οξειδίο του καλίου) και τοποθετήστε τα σε ποτήρι ζέσεως των 600 ml που περιέχει 400 ml περίπου νερού. Θερμάνετε μέχρι βρασμού και αφήστε να βράζει για 30 min. Ψύξτε, μεταγγίστε προσεκτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1.000 ml, συμπληρώστε μέχρι τη χαραγή με νερό, ομογενοποιήστε και διηθήστε σε ξηρό δοχείο. Απορρίψτε τα πρώτα 50 ml του διηθήματος.

### B. Προετοιμασία για καταβύθιση

1. Πάρτε με σιφώνιο κατάλληλη ποσότητα του διηθήματος που περιέχει 0,025 έως 0,050 g καλίου (βλ. πίνακα) και μεταφέρετέ το σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml. Συμπληρώστε με νερό μέχρι όγκου 50 ml. Για να αποφευχθούν ενδεχόμενες παρεμποδίσεις, προσθέστε 10 ml διαλύματος EDTA, μερικές σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης, και με ανάδευση, διάλυμα  $\text{NaOH}$ , κατά σταγόνες, μέχρι να γίνει το χρώμα του μείγματος ερυθρό, και, τέλος, μερικές επιπλέον σταγόνες διαλύμα-

τος NaOH (γενικά 1 ml διαλύματος NaOH αρκεί για την εξουδετέρωση και για την ύπαρξη περίσσειας).

2. Για την εκδίωξη του μεγαλύτερου μέρους της αμμωνίας θερμάνετε έως ήπιου βρασμού για 15 min. Προσθέστε, αν χρειάζεται, νερό μέχρι όγκου 60 ml.
3. Θερμάνετε το διάλυμα μέχρι βρασμού, απομακρύνετε το ποτήρι ζέσεως από τη φωτιά και προσθέστε 10 ml φορμόλης. Προσθέστε μερικές σταγόνες φαινολοφθαλείνης και, αν χρειάζεται, μερικές ακόμη σταγόνες διαλύματος NaOH μέχρι το χρώμα να γίνει σαφώς ερυθρό. Τοποθετήστε για 15 min το ποτήρι σκεπασμένο με ύαλο ωρολογίου σε υδατόλουτρο με νερό που βράζει.

#### ***Γ. Προζύγιση του ηθμού***

Τοποθετήστε τον ηθμό μέσα στο πυριατήριο στους 120 °C για ξήρανση μέχρι να σταθεροποιηθεί το βάρος (για 15 min περίπου). Αφήστε τον ηθμό να ψυχθεί μέσα σε ξηραντήρα και ζυγίστε τον.

#### ***Δ. Καταβύθιση***

Απομακρύνετε το ποτήρι από το υδατόλουτρο και με συνεχή ανάδευση προσθέστε κατά σταγόνες 10 ml διαλύματος STPB. Η προσθήκη αυτή πραγματοποιείται σε 2 min περίπου. Πριν διηθησετε, περιμένετε τουλάχιστον για 10 min.

#### ***Ε. Διήθηση και έκπλυση***

Διηθήστε υπό κενό στο γυάλινο ηθμό, εκπλύνετε το ποτήρι με το υγρό έκπλυσης, εκπλύνετε το ίζημα τρεις φορές με το υγρό έκπλυσης (περίπου 60 ml συνολικά) και δύο φορές με 5 έως 10 ml νερού. Ξηράνετε το ίζημα καλά.

#### ***Στ. Ξήρανση και ζύγιση***

Σκουπίστε το εξωτερικό του ηθμού με διηθητικό χαρτί. Τοποθετήστε τον ηθμό σε πυριατήριο για μιάμιση ώρα σε θερμοκρασία 120°C. Αφήστε να ψυχθεί μέσα στον ξηραντήρα σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και ζυγίστε γρήγορα.

*Σημείωση που αφορά τον τρόπο εργασίας*

Στην περίπτωση που δεν υπάρχει αμμωνιακό άζωτο ή υπάρχει σε χαμηλή ποσότητα, μπορεί να αποφευχθεί το βράσιμο των 15 min.

#### **Z. Τυφλός προσδιορισμός**

Για κάθε σειρά προσδιορισμών εκτελέστε έναν τυφλό προσδιορισμό, χρησιμοποιώντας μόνο τα αντιδραστήρια και τους διαλύτες στις αναλογίες που χρησιμοποιούνται στην ανάλυση, και λάβετε υπόψη τα αποτελέσματα του τυφλού προσδιορισμού στον υπολογισμό του τελικού αποτελέσματος.

#### **H. Έλεγχος**

Η άσκηση μπορεί να πραγματοποιηθεί, προς έλεγχο της αναλυτικής τεχνικής, και με προσθήκη κατάλληλης ποσότητας ενός υδατικού διαλύματος KCl. Η κατάλληλη ποσότητα πρέπει να περιέχει το πολύ 0,040 g K<sub>2</sub>O.

#### **Θ. Έκφραση αποτελεσμάτων**

Εάν χρησιμοποιούνται τα δοκίμια και οι αραιώσεις που υποδεικνύονται στον πίνακα, ο τύπος ο οποίος εφαρμόζεται είναι ο ακόλουθος:

$$\% \text{ K}_2\text{O του λιπάσματος} = (A - \alpha) \times F$$

ή

$$\% \text{ K του λιπάσματος} = (A - \alpha) \times F'$$

όπου A = βάρος σε g του ιζήματος TPBK,

α = βάρος σε g του ιζήματος TPBK του τυφλού,

F και F' = κατάλληλοι συντελεστές για το K<sub>2</sub>O και K των δύο τελευταίων στηλών του πίνακα.

**Πίνακας**  
**Κατάλληλες ποσότητες και συντελεστές**

%K <sub>2</sub> O στο λίπασμα	%K στο λίπασμα	Δοκίμιο (g)	Ποσότητα που λαμβάνεται για καταβύθιση (ml)	Συντελεστής F	Συντελεστής F'
5-10	4,2-8,3	10	50	26,280	21,812
10-20	8,3-16,6	10	25	52,560	43,624
20-50	16,6-41,5	10	10	131,400	109,060
Πάνω από 50	Πάνω από 41,5	5	10	262,800	218,120

## ΦΥΛΛΟ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

### ΕΛΕΓΧΟΣ ΠΟΙΟΤΗΤΑΣ ΚΑΛΙΟΥΧΩΝ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ: ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΥΔΑΤΟΔΙΑΛΥΤΟΥ ΚΑΛΙΟΥ

Όνοματεπώνυμο: .....

Ημερομηνία: .....

① Συμπληρώστε τον παρακάτω πίνακα:

Βάρος του ιζήματος TPBK, A	
Βάρος του ιζήματος TPBK του τυφλού, α	
Συντελεστής F	
Συντελεστής F'	

② Υπολογίστε την % περιεκτικότητα του λιπάσματος σε K χρησιμοποιώντας τις τιμές των A, α και F' του παραπάνω πίνακα.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

- ③ Υπολογίστε την % περιεκτικότητα του λιπάσματος σε  $K_2O$  χρησιμοποιώντας τις τιμές των  $A$ ,  $a$  και  $F$  του παραπάνω πίνακα.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....