

## Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

## Εργαστηριακή Άσκηση 1η

### Σκοπός

Να αναφέρετε τον τρόπο παρασκευής και τιτλοδότησης του πρότυπου διαλύματος και να ασκηθείτε στην πρακτική εφαρμογή του.

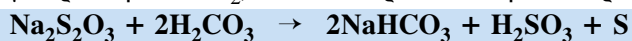
### Βασικές γνώσεις

Το θειοθειϊκό νάτριο φέρεται στο εμπόριο με τη μορφή του ένυδρου άλατος  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

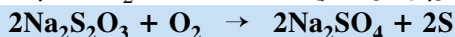
Το σχετικό μοριακό του βάρους είναι 248,19. Οπότε για να παρασκευασθεί 1 λίτρο διαλύματος 0,1 M αυτού θα ζυγισθούν 24,8 g άλατος «p.a.»

Το χρησιμοποιούμενο νερό θα πρέπει να είναι απιονισμένο και βρασμένο. Ο βρασμός αποβλέπει:

- Στην απομάκρυνση του  $\text{CO}_2$ , το οποίο δρα κατά την αντίδραση:



- Στην απομάκρυνση του  $\text{O}_2$ , το οποίο επιδρά ως εξής:



- Στην καταστροφή των μικροοργανισμών, τα οποία αποσυνθέτουν το  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Αυτό όμως μπορεί να αποφευχθεί με προσθήκη στο διάλυμα 0,1 g βόρακα ή λίγων σταγόνων χλωροφορμίου.

Τα διαλύματα του  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  φυλάσσονται πάντα σε σκοτεινές φιάλες αντιδραστηρίων.

### Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  «p.a.»
2. Διάλυμα αμύλου 1%
3. KI «p.a.»
4. Πρότυπο διάλυμα  $\text{KMnO}_4$  0,02 M
5. Διάλυμα  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1)
6. Ογκομετρική φιάλη 1 λίτρου, κωνική φιάλη 500 mL και προχοΐδα 25 mL.

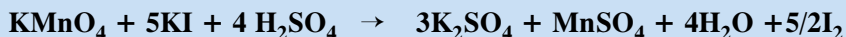
## Πορεία ανάλυσης

### Παρασκευή

1. 25 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  διαλύονται με απιονισμένο και βρασμένο νερό.
2. Το διάλυμα μεταφέρεται στην ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου και συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή με αποσταγμένο νερό αφού προσθέσουμε και 3-5 σταγόνες χλωροφορμίου.
3. Αναδεύουμε και φυλάσσουμε το διάλυμα σε σκοτεινόχρωμη φιάλη.

### Τιτλοδότηση

1. Η τιτλοδότηση του διαλύματος γίνεται με πρότυπο διάλυμα  $\text{KMnO}_4$  0,02 M.
2. Σε κωνική φιάλη των 500 mL φέρουμε 3 g KI και 200 mL νερού.
3. Προσθέτουμε 10 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1, αναδεύουμε και προσθέτουμε 25 mL  $\text{KMnO}_4$  0,02 M με τη βοήθεια προχοϊδας.
4. Μετά την ισχυρή ανάδευση αφήνουμε 5 min για γίνει η αντίδραση:



5. Τέλος ογκομετρούμε με το παρασκευασθέν διάλυμα  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M μέχρι ανοιχτοκίτρινου χρώματος. Στο σημείο αυτό προσθέτουμε 3 σταγόνες δείκτη αμύλου, οπότε εμφανίζεται μπλε χρώμα.
6. Συνεχίζουμε την ογκομέτρηση μέχρι αποχρωματισμού του διαλύματος.
7. Έστω η κατανάλωση 24,9 mL.
8. Τότε ο συντελεστής διόρθωσης (Σ.Δ.) είναι:

Σε 1000 mL  $\text{KMnO}_4$  0,02 M περιέχονται 0,02 mol  $\text{KMnO}_4$   
25 X; = 0,0005 mol  $\text{KMnO}_4$

Το 1 mol  $\text{KMnO}_4$  δίνει 5/2 mol  $\text{I}_2$   
0,0005 X; = 0,00125 mol  $\text{I}_2$

Το 1 mol  $\text{I}_2$  αντιδρά με 2 mol  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   
0,00125 X; = 0,0025 mol  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Τα 1000 mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M περιέχουν 0,1 mol  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   
X; 0,0025 X = 25 mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

άρα η θεωρητική κατανάλωση είναι 25 mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  και

$$\Sigma\Delta = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{25}{24,9} = 1,004$$

## Παρασκευή και τιτλοδότηση 0,1 M I<sub>2</sub>

## Εργαστηριακή Άσκηση 2η

### Σκοπός

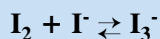
Να είσθε σε θέση:

- να παρασκευάζετε και να τιτλοδοτείτε διάλυμα I<sub>2</sub>
- να βελτιώσετε την τεχνική και τις δεξιότητές σας στους ογκομετρικούς προσδιορισμούς

### Βασικές γνώσεις

Είναι γνωστό ότι το ιώδιο είναι δυσδιάλυτο στο νερό. Η διαλυτότητά του είναι 0,33 g/L στους 25 °C.

Το μειονέκτημα αυτό διορθώνεται με τη διάλυση του ιωδίου σε υδατικό διάλυμα ιωδιούχου καλίου που αυξάνει έτσι τη διαλυτότητά του, επειδή σχηματίζεται το τριατομικό ιόν ιωδίου (I<sub>3</sub><sup>-</sup>).



Η ζύγιση του ιωδίου δεν περιέχει μεγάλη ακρίβεια, λόγω της ιδιότητάς του να εξαχνώνεται. Γι' αυτό ζυγίζεται σε φαρμακευτικό ζυγό.

### Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

- Ιώδιο (I<sub>2</sub>) «p.a.»
- Πρότυπο διάλυμα Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1 M
- Διάλυμα αμύλου 1%
- KI «p.a.»
- Ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου, κωνική φιάλη των 500 mL και προχοΐδα των 25 mL.

### Πορεία ανάλυσης

#### Παρασκευή

1. Ζυγίζονται 12,7 g I<sub>2</sub> «p.a.» σε φαρμακευτικό ζυγό και μεταφέρονται σε πυκνό διάλυμα KI (25 g KI «p.a.» σε 30 mL αποσταγμένου νερού).
2. Ανακινούμε μέχρις ότου επιτευχθεί η διάλυση του I<sub>2</sub>.

3. Στη συνέχεια μεταφέρουμε το διάλυμα σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου και συμπληρώνουμε με αποσταγμένο νερό μέχρι τη χαραγή.
4. Αναδεύουμε αντιστρέφοντας τη φιάλη και τέλος μεταφέρουμε το διάλυμα σε σκουρόχρωμη φιάλη με εσφυρισμένο πώμα.

## Τιτλοδότηση

1. Για την τιτλοδότηση του διαλύματος  $I_2$  0,1 M χρησιμοποιείται πρότυπο διάλυμα  $Na_2S_2O_3$  0,1 M.
2. Σε κωνική φιάλη των 500 mL φέρουμε με προχοΐδα 25 mL διαλύματος 0,1M ιωδίου.
3. Αραιώνουμε με 200-300 mL νερού και ογκομετρούμε παρουσία δείκτη αμύλου, με  $Na_2S_2O_3$  0,1 M μέχρι να εμφανισθεί το μπλε χρώμα.

## Υπολογισμοί

Έστω για τα 25 mL διαλύματος  $I_2$  0,1 M καταναλώθηκαν 25,1 mL διαλύματος  $Na_2S_2O_3$  0,1 M με Σ.Δ. 1,0035, τότε ο Σ.Δ. του διαλύματος του ιωδίου θα είναι:

$$\Sigma.\Delta. = \frac{\Theta}{\Pi} = \frac{25,1 \times \Sigma.\Delta.}{25} = \frac{25,1 \times 1,004}{25} = 1,008$$

Άρα ο Σ.Δ.  $I_2$  = 1,008

## Παρατηρήσεις

- ☞ Το άμυλο αντιδρά με το ιώδιο και σχηματίζει ένωση με έντονο μπλε χρώμα.
- ☞ Η ένωση αυτή είναι αδιάλυτη στο νερό και γι' αυτό η προσθήκη του αμύλου πρέπει να γίνεται προς το τέλος της αντίδρασης.
- ☞ Στο εμπόριο διατίθεται σήμερα η υδατοδιαλυτή αμυλόζη, για τις ιωδιομετρικές ογκομετρήσεις.
- ☞ Η παρασκευή του δείκτη αμύλου γίνεται με διάλυση 1 g αυτού σε 100 mL βραστού νερού. Η προσθήκη του αμύλου γίνεται υπό ανάδευση και η θέρμανση συνεχίζεται για 1-2 min.

## Προσδιορισμός ενεργού χλωρίου σε χλωρίνη

## Εργαστηριακή Άσκηση 3η

### Σκοπός

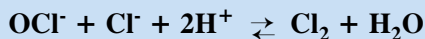
Να είσθε σε θέση:

- να αναφέρετε την αρχή της μεθόδου
- να προσδιορίσετε και να εκτιμήσετε την περιεκτικότητα των δραστικών συστατικών της χλωρίνης
- να αναπτύξετε τις εργαστηριακές σας δεξιότητες
- να εφαρμόζετε τις θεωρητικές σας γνώσεις για να επιλύετε πρακτικά προβλήματα

### Βασικές γνώσεις

Οι λευκαντικές ουσίες ή τα διαλύματά τους, περιέχουν συνήθως ως ενεργό συστατικό υποχλωριώδη άλατα.

Ως ενεργό χλώριο αναφέρεται το χλώριο που ελευθερώνεται από τις λευκαντικές ουσίες μετά την επίδραση σε αυτές αραιών οξέων:



### Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

- Πρότυπο διάλυμα  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M
- Διάλυμα αμύλου 1%
- KI «p.a.»
- Οξικό οξύ  $\text{CH}_3\text{COOH}$
- Διάλυμα χλωρίνης
- Ογκομετρική φιάλη των 250 mL, κωνική φιάλη των 250 mL, προχοΐδα.

### Πορεία

1. 25 mL χλωρίνης αραιώνονται με απιονισμένο νερό σε ογκομετρική φιάλη των 250 mL.
2. Σε κωνική φιάλη των 250 mL φέρονται 25 mL του διαλύματος, 25 mL νερού, 2 g KI (ή 20 mL 10% w/v σε KI) και 10 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .
3. Ογκομετρούμε το διάλυμα με  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M, παρουσία δείκτη αμύλου μέχρις ότου το διάλυμα γίνει άχρωμο.

## Αντιδράσεις

Οι αντιδράσεις που πραγματοποιήθηκαν είναι:



## Υπολογισμοί

Έστω 12,5 mL η κατανάλωση του  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M. Η ‰ w/v περιεκτικότητα της χλωρίνης σε ελεύθερο χλώριο θα είναι:

Τα 1000 mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M ισοδυναμούν με 3,55 g Cl  
12,5 mL x;

$$x = \frac{3,55 \cdot 12,5}{1000} = 0,0444 \text{ g Cl}$$

Στα 25 mL διαλύματος περιέχονται 0,0444 g Cl  
250 mL x;

$$x = 0,444\text{g}$$

στα 25 mL αρχικού διαλύματος περιέχονται 0,444g Cl  
1000 mL x;

$$x = 17,7 \text{ ‰ w/v}$$

## Πληροφορίες

- ☞ Τα διαλύματα του NaClO του εμπορίου αποτελούν τις διαφόρων τύπων χλωρίνες. Τα διαλύματα αυτά έχουν ισχυρή οξειδωτική δράση όπως και οι αραιές διαλύσεις τους. Χρησιμοποιούνται ως λευκαντικά (ρούχων-νημάτων) και μικροβιοκτόνα μέσα.
- ☞ Η δραστηριότητα και η ποιότητα ενός διαλύματος υποχλωριώδους νατρίου είναι ανάλογη με την περιεκτικότητά του σε ενεργό χλώριο.
- ☞ Για αποστείρωση σκευών βιομηχανιών και εργαστηρίων η περιεκτικότητά πρέπει να είναι περίπου 100 ppm. Για την αποστείρωση όμως δαπέδων, τοίχων κ.τ.λ η περιεκτικότητα κυμαίνεται γύρω στα 250 ppm.
- ☞ Οι διάφορες σκόνες λεύκανσης που κυκλοφορούν στο εμπόριο περιέχουν 37% περίπου ελεύθερο χλώριο.

## Προσδιορισμός $\text{Cu}^{2+}$ σε διάλυμα γαλαζόπετρας

## Εργαστηριακή Άσκηση 4η

### Σκοπός

Να είσθε σε θέση:

- να εφαρμόζετε τις δεξιότητές σας και τις θεωρητικές σας γνώσεις για να προσδιορίσετε  $\text{Cu}^{2+}$  σε διάλυμά του.

### Αρχή της μεθόδου

Ο προσδιορισμός  $\text{Cu}^{2+}$  γίνεται ιωδιομετρικά και είναι τόσο ακριβής στο αποτέλεσμα όσο και ο ηλεκτρολυτικός προσδιορισμός. Βασίζεται στην αναγωγή του  $\text{Cu}^{2+}$  από το KI, στην ελευθέρωση του  $\text{I}_2$  και την ογκομέτρησή του με διάλυμα  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M σε ελαφρά όξινο περιβάλλον.

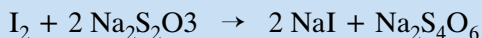
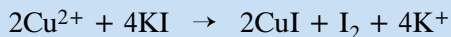
### Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. Ιωδιούχο κάλιο KI
2. Διάλυμα  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M
3. Δείκτης αμύλου 1%
4. Κωνική φιάλη των 250 mL
5. Προχοΐδα των 25 mL

### Πορεία

1. Σε 50 mL διαλύματος χαλκού προστίθεται 1 g KI.
2. Ογκομετρούμε το ελευθερούμενο  $\text{I}_2$  με  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M παρουσία δείκτη αμύλου μέχρι αποχρωματισμού.

### Αντιδράσεις και υπολογισμοί



Από τις αντιδράσεις προκύπτει ότι για κάθε άτομο  $\text{Cu}^{2+}$  ελευθερώνεται ένα άτομο  $\text{I}_2$ , το οποίο ανάγεται από 1 mol  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

1 mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M ισοδυναμεί με 0,0063 g  $\text{Cu}^{2+}$  αφού:

2mol $\text{Cu}^{2+}$ δίνουν	1 mol $\text{I}_2$ που αντιδρά με	2 mol $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
1	0,5	1
0,1	0,05	0,1
6,3 g	0,05	1000 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M
0,0063	$0,05 \cdot 10^{-3}$	1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 M

## Προσδιορισμός θειώδους ανυδρίτη

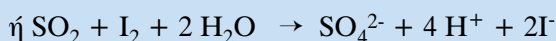
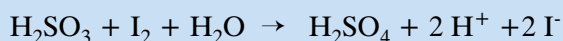
## Εργαστηριακή Άσκηση 5η

### Σκοπός

Να εφαρμόζετε τις γνώσεις και τις δεξιότητές σας για να προσδιορίσετε θειώδη άλατα.

### Αρχή της μεθόδου

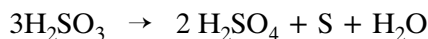
Το  $\text{H}_2\text{SO}_3$  οξειδώνεται με διάλυμα ιωδίου προς  $\text{H}_2\text{SO}_4$  και η περίσσεια του  $\text{I}_2$  ογκομετρείται με πρότυπο διάλυμα  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M.



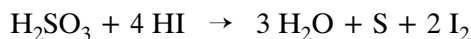
για να είναι ικανοποιητικά τα αποτελέσματα των προσδιορισμών του  $\text{SO}_2$  πρέπει:

- Τα διαλύματα του θειώδους οξέος να είναι αραιά
- Τα διαλύματα του  $\text{H}_2\text{SO}_3$  ή των αλάτων του (π.χ.  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) να προστίθενται βραδέως και υπό συνεχή ανάδευση στο πρότυπο διάλυμα του ιωδίου και όχι αντίστροφα.
- Τα διαλύματα του  $\text{H}_2\text{SO}_3$  να έρχονται όσο το δυνατό λιγότερο σε επαφή με τον ατμοσφαιρικό αέρα. Έτσι, όταν η ογκομέτρηση γίνεται με τις παραπάνω συνθήκες, αποφεύγεται:

1. Η απώλεια  $\text{SO}_2$  λόγω εξάτμισης
2. Η αποβολή S λόγω της αντίδρασης που λαμβάνει χώρα όταν τα διαλύματα του  $\text{H}_2\text{SO}_3$  είναι πυκνά:



Η αντίδραση αυτή καταλύεται με το παραγόμενο HI και είναι δυνατόν να συντελεσθεί με αυτό το ίδιο.



3. Η οξείδωση των θειωδών σε θειϊκά από τον αέρα.



Η ογκομέτρηση του θειώδους ανυδρίτη (θειωδών) μπορεί να γίνει και με την άμεση μέθοδο με πρότυπο διάλυμα  $I_2$  οξινιζόμενου του δοθέντος διαλύματος με 0,1 M HCl.

## Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

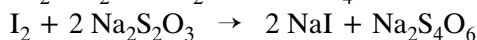
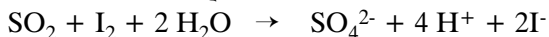
- Διάλυμα  $I_2$  0,1 M
- Διάλυμα HCl 2 M
- Διάλυμα  $Na_2S_2O_3$  0,1 M
- Διάλυμα αμύλου 1%
- Διάλυμα θειωδών ( $SO_2$ )
- Ογκομετρική φιάλη των 250 mL, κωνική φιάλη των 250 mL, προχοΐδα των 25 mL, σιφώνια.

## Πορεία

1. 25 mL δοθέντος διαλύματος αραιώνονται σε ογκομετρική φιάλη των 250 mL.
2. Προσθέτουμε 10 mL αυτού του διαλύματος σε κωνική φιάλη των 250 mL που περιέχει 20 mL 0,1 M  $I_2$  (περίσσεια), 5 mL HCl 2 M και 150 mL  $H_2O$ .
3. Ογκομετρούμε την περίσσεια του  $I_2$  με  $Na_2S_2O_3$  0,1 M παρουσία αμύλου. Έστω α mL η κατανάλωση.
4. Ογκομετρούμε 20 mL 0,1 M  $I_2$  με το πρότυπο διάλυμα του θειοθειικού νατρίου (τυφλό δείγμα).
5. Έστω β mL η κατανάλωση.
6. Άρα  $\beta - \alpha = \pi$  mL είναι αυτά τα mL του διαλύματος  $Na_2S_2O_3$  που αντι-στοιχούν στο  $I_2$  που αντέδρασε με το  $SO_2$ .

## Υπολογισμοί

Βάσει των αντιδράσεων



1mol $SO_2$ αντιδρά με	1mol $I_2$ που αντιστοιχεί σε	2mol $Na_2S_2O_3$
64 g	1mol	2 mol
6,4 g	0,1 mol	0,2 mol
3,2 g	0,05 mol	0,1 mol
3,2 g	0,05 mol	1000 mL 0,1 M

# Ογκομετρική Ανάλυση

Άρα

Τα 1000 mL  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 M αντιδρούν με 3,2 g  $\text{SO}_2$   
π mL x;

$$\chi = 3,2\pi/1000 \text{ g SO}_2$$

Στα 10 mL διαλύματος περιέχονται 3,2.π/1000 g  $\text{SO}_2$   
250 mL y;

$$y = 0,08 \pi \text{ g SO}_2$$

Στα 25 mL αρχικού δείγματος περιέχονται 0,08 π g  $\text{SO}_2$   
1000 mL z;

$$z = 3,2 \pi^{0/00} \text{ w/v}$$

( $M_r \text{ SO}_2 = 64$ )