

## Πείραμα 5.17 - Υπολογισμός της περιεκτικότητας του ξυδιού σε οξικό οξύ

### Σύντομη περιγραφή του πειράματος

Υπολογισμός της περιεκτικότητας σε οξικό οξύ, του ξυδιού του εμπορίου με τη μέθοδο της ογκομέτρησης που καλείται αλκαλιμετρία. Χρησιμοποιείται δείκτης φαινολοφθαλεΐνης και πρότυπο διάλυμα υδροξειδίου NaOH 0,1M για την εξουδετέρωση.

### Διδακτικοί στόχοι του πειράματος

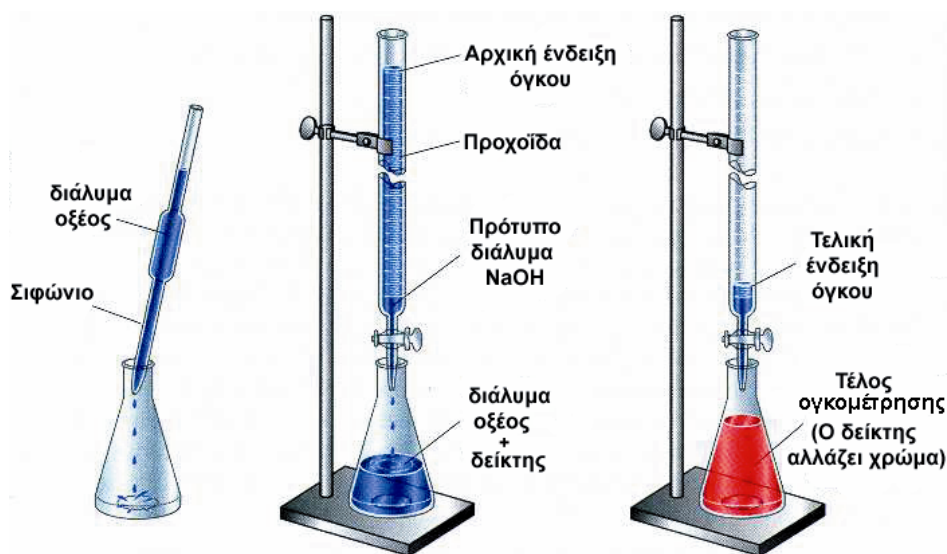
Στο τέλος αυτού του πειράματος θα πρέπει ο μαθητής:

- Να περιγράψει τη διαδικασία της ογκομέτρησης και να εξηγήσει το μηχανισμό της.
- Να κατανοήσει τι είναι ισοδύναμο σημείο, τι είναι τελικό σημείο ή τέλος της ογκομέτρησης και ποιο μπορεί να είναι το pH του διαλύματος που βρίσκεται στο ισοδύναμο σημείο.
- Να εξοικειωθεί με τη λήψη, καταγραφή και επεξεργασία εργαστηριακών μετρήσεων και συγκεκριμένα να αποκτήσει βασικές δεξιότητες στην ογκομετρία και ιδιαίτερα στην οξυμετρία - αλκαλιμετρία.
- Να εξοικειωθεί με την σωστή εκτίμηση του εργαστηριακού σφάλματος (εξήγηση, αιτιολόγηση σφάλματος).
- Να αποκτήσει την ικανότητα χειρισμού εργαστηριακών οργάνων, όπως συναρμολόγηση και λειτουργία σχετικής διάταξης.
- Να κατανοεί τη σημασία της ογκομέτρησης στον ποιοτικό έλεγχο εμπορικών προϊόντων στο εργαστήριο (π.χ. εύρεση οξύτητας λαδιού).
- Να αναγνωρίζει, μέσα από τη διαδικασία της ηλεκτρόλυσης, το ρόλο της επιστήμης της Χημείας στη βελτίωση της ποιότητας ζωής του ανθρώπου.

## Βασικές γνώσεις -Αντιδράσεις



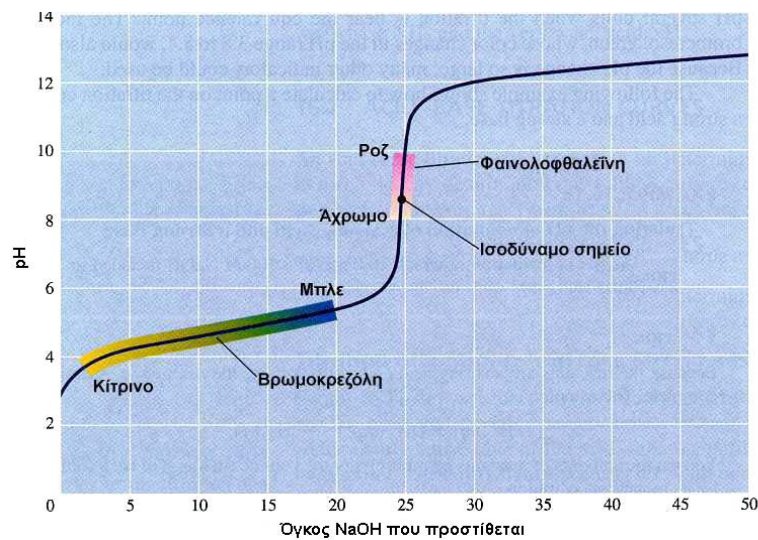
- **Ογκομέτρηση** είναι η διαδικασία ποσοτικού προσδιορισμού μιας ουσίας με μέτρηση του όγκου διαλύματος γνωστής συγκέντρωσης (πρότυπου διαλύματος) που χρειάζεται για την πλήρη αντίδραση με την ουσία. Η μέτρηση του όγκου του πρότυπου διαλύματος γίνεται με προχοΐδα, ενώ το ογκομετρούμενο διάλυμα (άγνωστο διάλυμα) τοποθετείται στην κωνική φιάλη, όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα:



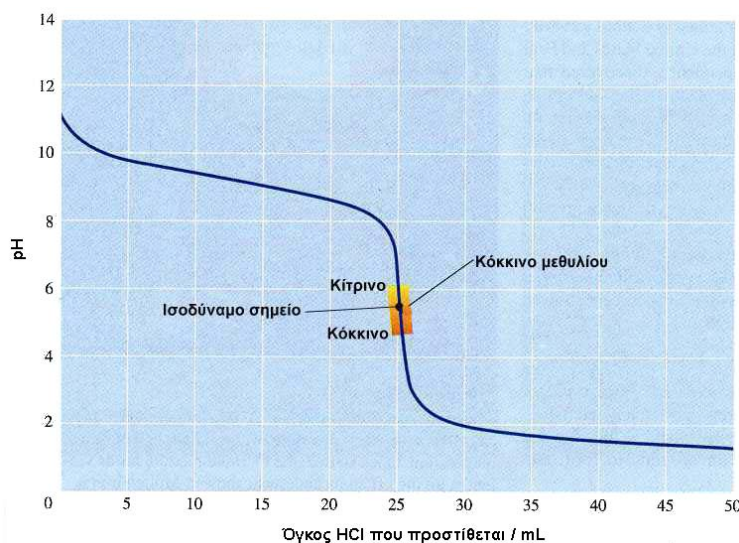
Παρουσίαση της ογκομετρίας: α) εισάγεται με το σιφώνιο στην κωνική φιάλη ορισμένη ποσότητα διαλύματος οξέος (άγνωστο) β) δείκτης προστίθεται στο «άγνωστο» και ακολουθεί προσθήκη σιγά - σιγά του πρότυπου διαλύματος με τη βοήθεια της προχοΐδας γ) η χρωματική αλλαγή του δείκτη φανερώνει το τέλος της ογκομέτρησης.

- **Ισοδύναμο σημείο** είναι το σημείο της ογκομέτρησης που προκύπτει θεωρητικά, όταν αντιδράσει πλήρως η ουσία (στοιχειομετρικά) με ορισμένη ποσότητα του πρότυπου διαλύματος. Ο εντοπισμός του ισοδύναμου σημείου γίνεται με τη βοήθεια της στοιχειομετρίας της αντίδρασης εξουδετέρωσης.
- **Τελικό σημείο** είναι το σημείο όπου παρατηρείται χρωματική αλλαγή του ογκομετρούμενου διαλύματος και δηλώνει το τέλος της ογκομέτρησης. Όσο πιο κοντά είναι το ισοδύναμο σημείο με το τελικό σημείο τόσο πιο ακριβής είναι η ογκομέτρηση.

- **Οξυμετρία** είναι ο κλάδος της ογκομετρίας που περιλαμβάνει προσδιορισμούς συγκεντρώσεων βάσεων με πρότυπο διάλυμα οξέος. Ενώ, **αλκαλιμετρία** έχουμε όταν ογκομετρείται ένα οξύ με πρότυπο διάλυμα βάσης. Η αλκαλιμετρία - οξυμετρία με άλλα λόγια είναι ογκομετρήσεις που στηρίζονται σε αντιδράσεις εξουδετέρωσης. Έχουμε δηλαδή:  $\text{H}_3\text{O}^+ + \text{OH}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$
- Κατά τη διάρκεια της ογκομέτρησης με οξέα ή βάσεις (οξυμετρία ή αλκαλιμετρία) το pH του ογκομετρούμενου διαλύματος μεταβάλλεται συνεχώς.
- Αν παραστήσουμε γραφικά τη τιμή του pH του άγνωστου διαλύματος, όπως διαβάζει ένα πεχάμετρο, σε συνάρτηση με τον όγκο του προστιθέμενου προτύπου διαλύματος, παίρνουμε την καμπύλη ογκομέτρησης. Με τη βοήθεια της καμπύλης αυτής μπορεί να γίνει η επιλογή του δείκτη για τη συγκεκριμένη ογκομέτρηση.

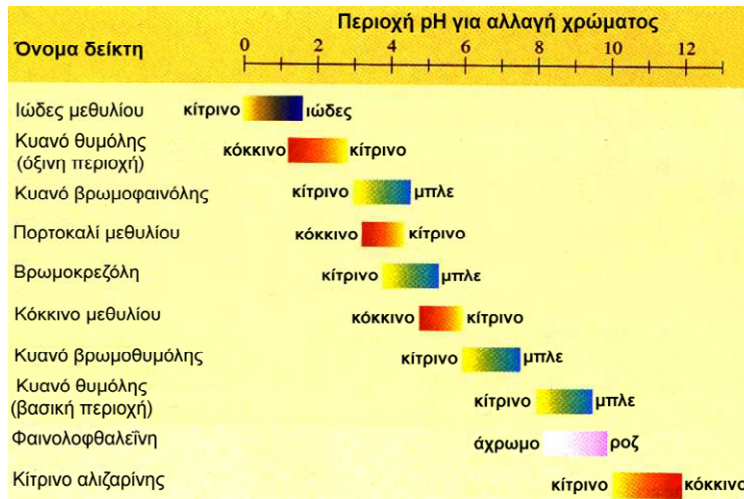


Η καμπύλη ογκομέτρησης ασθενούς οξέος με ισχυρή βάση π.χ. διαλύματος  $\text{CH}_3\text{COOH}$  με πρότυπο διάλυμα  $\text{NaOH}$ .

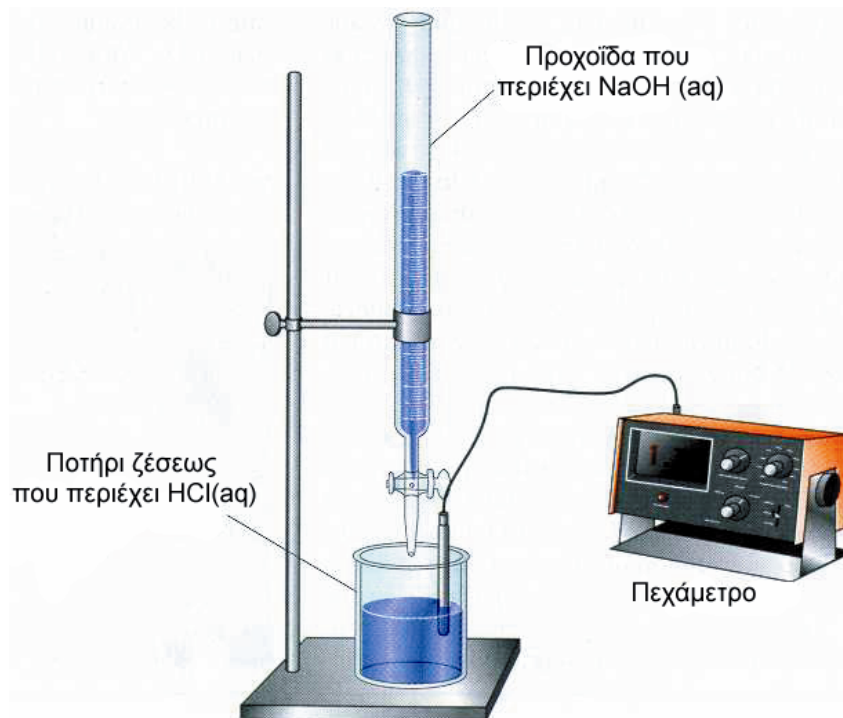


Καμπύλη ογκομέτρησης ασθενούς βάσης με ισχυρό οξύ π.χ. διαλύματος  $\text{NH}_3$  με πρότυπο διάλυμα  $\text{HCl}$ .

- Οποσδήποτε, δηλαδή, θα πρέπει η περιοχή αλλαγής χρώματος του δείκτη να περιλαμβάνει το pH του διαλύματος στο ισοδύναμο σημείο (ή τουλάχιστον να βρίσκεται στο κατακόρυφο τμήμα της καμπύλης ογκομέτρησης, όπως φαίνεται στα παραπάνω σχήματα). Σε αντίθετη περίπτωση προκύπτουν σημαντικά σφάλματα που κάνουν το δείκτη ακατάλληλο για τη συγκεκριμένη ογκομέτρηση.



### Κυριότεροι δείκτες και περιοχή pH αλλαγής χρώματος τους



Πειραματική διάταξη για τη μέτρηση του pH κατά τη διάρκεια της ογκομέτρησης, με βάση την οποία προκύπτει η καμπύλη ογκομέτρησης.

**Απαιτούμενα Σκεύη - Όργανα - Αντιδραστήρια**



| Σκεύη -Όργανα  | Αντιδραστήρια                                       |
|--|---|
| Προχοΐδα των 50 mL, στηριγμένη σε βάση με ορθοστάτη και λαβίδα | Διάλυμα ξυδιού εμπορίου                             |
| Σιφόνιο πλήρωσεως των 10 mL                                    | Πρότυπο διάλυμα NaOH 0,10 M.                        |
| Ογκομετρική φιάλη 1000 και των 100 mL                          | Δείκτης φαινολοφθαλεΐνης με σταγονομετρικό φιαλίδιο |
| Κωνική φιάλη 250 mL  |   |
| Πουάρ σιφωνίου 3 βαλβίδων, γυάλινο χωνί                        |   |
| Ποτήρι ζέσεως για τις εκπλύσεις των 100 mL                     |   |
| Υδροβολέας με απιοντισμένο νερό                                |   |

**Συστάσεις ασφαλείας**

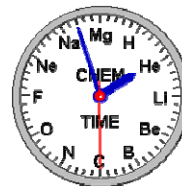
**Υδροξείδιο του νατρίου NaOH(s):** (CAS No: 1310-73-2). Στερεό άχρωμο, άοσμο. Προκαλεί σοβαρά εγκαύματα.

**Φαινολοφθαλεΐνη** C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub> : (CAS No: 77-09-8). Στερεό, λευκό, άοσμο. Δεν είναι επικίνδυνο προϊόν.

Οι πρόσθετες πληροφορίες σχετικά με τους πιθανούς κινδύνους στο χειρισμό αυτών των χημικών ουσιών μπορούν να ληφθούν από τα φύλλα δεδομένων ασφαλείας υλικών που είναι διαθέσιμα στο εργαστήριο.


| Χημική ένωση  | $M_r$  | Σ.τ.(°C) | Σ.ζ.(°C) | Πυκνότητα (g/mL) |
|---|--------|----------|----------|------------------|
| NaOH (Υδροξείδιο του νατρίου)                                       | 40     | 323      | 1390     | 2,13             |
| C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub><br>(Φαινολοφθαλεΐνη) | 318,33 | 258-262  | -        | 1,30             |







Απαιτούμενος χρόνος για το πείραμα : 45 Λεπτά



Πειραματική διαδικασία




 Προετοιμάζουμε το πρότυπο διάλυμα NaOH 0,10 M ως εξής:

-  Χρησιμοποιούμε υδροξείδιο του νατρίου, λευκό κρυσταλλικό στερεό με  $M_r = 40$  και Μ.Τ: NaOH.
-  Τοποθετούμε στο ζυγό κάψα πορσελάνης.
-  Μηδενίζουμε το ζυγό και ζυγίζουμε 4,00 g NaOH.
-  Μεταφέρουμε την ποσότητα του NaOH σε ποτήρι ζέσεως των 100 mL και στη συνέχεια προσθέτουμε λίγο απεσταγμένο νερό για να διαλυθεί.
-  Μεταφέρουμε την παραπάνω ποσότητα σε ογκομετρική φιάλη των 1000 mL και προσθέτουμε απεσταγμένο νερό μέχρι την χαραγή.
-  Παρασκευάζουμε έτσι διάλυμα NaOH 0,1 M με βάση τον τύπο:

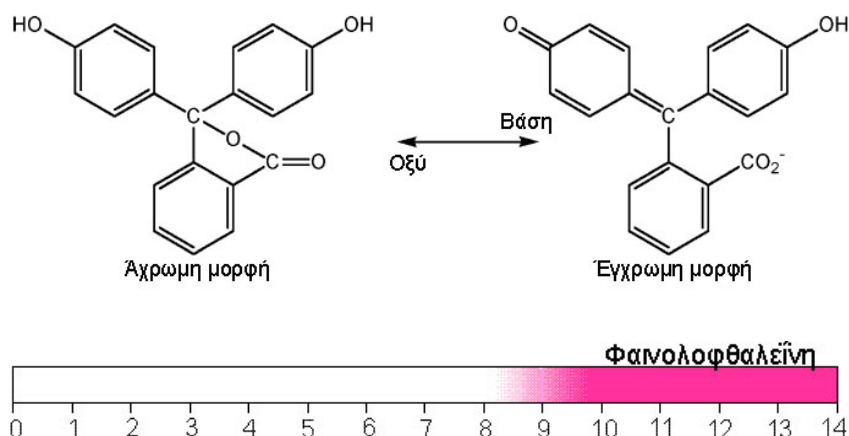
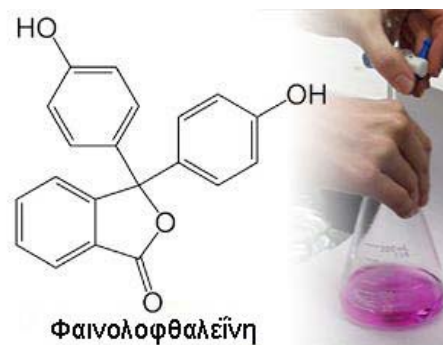
$$C = n/V = m/V * M_r \Leftrightarrow m = C * V * M_r \Leftrightarrow m = 0,1 * 1 * 40 \Leftrightarrow m = 4 \text{ g}$$


Προσοχή στη χρήση του NaOH. Είναι πολύ διαβρωτικό και προκαλεί σοβαρά εγκαύματα. Η φύλαξη του στερεού αλλά και των διαλυμάτων του πρέπει να γίνεται σε πλαστικά φιαλίδια και όχι γυάλινα γιατί προσβάλλονται γρήγορα.


 Προετοιμάζουμε την προχοΐδα βγάζοντας την εσφυρισμένη στρόφιγγα προσεκτικά και αλείφοντάς την με μικρή ποσότητα βαζελίνης σε όλα τα σημεία εκτός του κυκλικού δίσκου στο οποίο βρίσκεται το σημείο από το οποίο ρέει το διάλυμα. (αυτό γίνεται στην αρχή της εργαστηριακής άσκησης και όχι κάθε φορά)







 Προετοιμάζουμε το διάλυμα της φαινολοφθαλεΐνης ως εξής:

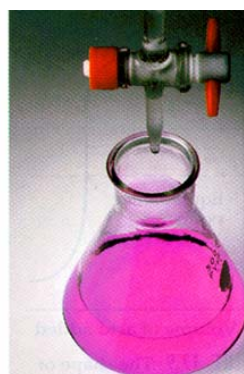
Διαλύουμε 1g φαινολοφθαλεΐνης (λευκό στερεό σε σκόνη) σε 50 ml αιθανόλης ( $C_2H_5OH$ ) και προσθέτουμε άλλα 50 ml νερού, οπότε προκύπτει άχρωμο διάλυμα. Καλό είναι το διάλυμα να εξουδετερωθεί με προσοχή με αραιό διάλυμα NaOH (από αυτό που έχουμε παρασκευάσει 0,1 M), μέχρι να δώσει ελαφρώς ρόδινο χρώμα. Το διάλυμα το κάνουμε άχρωμο με μια σταγόνα αραιού διαλύματος υδροχλωρικού οξέος (0,1M). Το διάλυμα της φαινολοφθαλεΐνης είναι άχρωμο σε όξινο περιβάλλον και γίνεται ρόδινο σε αλκαλικό.



 Γεμίζουμε την προχοΐδα, με τη βοήθεια γυάλινου χωνιού, με το πρότυπο διάλυμα NaOH 0,10 M. Αρχικά το γέμισμα πρέπει να γίνει λίγο πιο πάνω από την ένδειξη των 50 mL και στη συνέχεια ανοίγουμε λίγο τη στρόφιγγα ώστε η στάθμη να πάει ακριβώς στην ένδειξη των 50 mL. (Δεν είναι απαραίτητο να ξεκινήσει μία ογκομέτρηση από το σημείο 0 της προχοΐδας, αλλά μπορεί να ξεκινήσει και από άλλη τιμή, αρκεί να σημειωθεί στο φύλλο καταγραφής με ακρίβεια η ένδειξη της έναρξης μέτρησης, μια και θα μετράμε διαφορά τελικής μείον αρχικής ένδειξης).



 Με το σιφώνιο πλήρωσεως και τη βοήθεια του πουάρ σιφωνίου τριών βαλβίδων, μεταφέρουμε 10 mL ξυδιού στην ογκομετρική φιάλη των 100 mL.

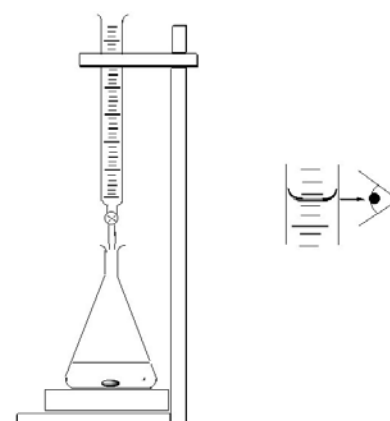
-  Αραιώνουμε με απιονισμένο νερό μέχρι τη χαραγή, κλείνουμε τη φιάλη και ανακατεύουμε.
-  Ξεπλένουμε το σιφώνιο με απιονισμένο νερό, και στη συνέχεια με μικρές ποσότητες (2-3 mL) από το αραιωμένο διάλυμα του ξυδιού.
-  Με τη βοήθεια του σιφωνίου πληρώσεως μεταφέρουμε 10,00 mL αραιωμένου διαλύματος ξυδιού στην κωνική φιάλη των 250 mL.
-  Προσθέτουμε στην κωνική φιάλη 2-3 σταγόνες δείκτη φαινολοφθαλεΐνης.
-  Σημειώνουμε την αρχική ένδειξη της προχοΐδας.
-  Αρχίζουμε να ρίχνουμε αργά-αργά, και υπό συνεχή ανάδευση, το διάλυμα του NaOH από την προχοΐδα στην κωνική φιάλη μέχρι που να εμφανιστεί το ρόδινο χρώμα της φαινολοφθαλεΐνης στο βασικό περιβάλλον.






Κατά τη διάρκεια της ογκομέτρησης, κρατάμε και γυρνάμε τη στρόφιγγα με το αριστερό χέρι για τους δεξιόχειρες, ενώ με το δεξί χέρι αναδεύουμε το διάλυμα που τιτλοδοτούμε περιστρέφοντας την κωνική φιάλη.



-  Σημειώνουμε την τελική ένδειξη της προχοΐδας. Στο διπλανό σχήμα φαίνεται ο σωστός τρόπος διαβάσματος της ένδειξης της προχοΐδας.
-  Αδειάζουμε και ξεπλένουμε την κωνική φιάλη.





-  Επαναλαμβάνουμε τα παραπάνω βήματα άλλες δύο φορές ώστε να πάρουμε συνολικά τρεις μετρήσεις. Βγάζουμε το μέσο όρο των μετρήσεων.
-  Από τον όγκο του πρότυπου διαλύματος που χρησιμοποιήθηκε (μέσος όρος όλων των πειραμάτων) κάνουμε υπολογισμό της περιεκτικότητας του ξυδιού σε οξικό οξύ (σε mol/L και % w/v).
-  Τέλος πλένουμε καλά την προχοΐδα πολύ καλά με νερό γιατί τα διαλύματα των καυστικών αλκαλίων προσβάλλουν έντονα το γυαλί. (Κολλάει η στρόφιγγα με το σώμα της προχοΐδας).

Προσοχή ! Η πρώτη ογκομέτρηση να γίνει δοκιμαστικά, ώστε να εξασκηθούμε στην εύρεση του τελικού σημείου, για να μπορέσουμε να προσδιορίσουμε τον όγκο του NaOH που καταναλώνεται. Γνωρίζοντας έτσι τον παραπάνω όγκο, μπορούμε να υπολογίσουμε τότε πλησιάζουμε στο τελικό σημείο όπου η προσθήκη του NaOH θα γίνεται πλέον σταγόνα-σταγόνα, για να εντοπίσουμε με μεγάλη ακρίβεια το τελικό σημείο. Όταν βρισκόμαστε πολύ κοντά στο τελικό σημείο και μία σταγόνα είναι αρκετή ώστε να παρατηρήσουμε τη μεταβολή στο χρώμα.

### Προσδιορισμός της οξύτητας του ελαιολάδου

**Με ανάλογο τρόπο και με απόλυτη ακρίβεια μπορούμε να υπολογίσουμε και το οξύ που υπάρχει στο λάδι (οξύτητα λαδιού):**

Ζυγίζουμε 10g ( $m=10$ ) ελαιολάδου σε μια κωνική φιάλη (περίπου 11 mL ). Προσθέτουμε στην κωνική φιάλη 25 mL αιθανόλης και 25 mL αιθέρα. Στο διάλυμα αυτό αφού το ανακατέψουμε καλά για να διαλυθεί το λάδι στους οργανικούς διαλύτες ρίχνουμε 3-4 σταγόνες φαινολοφθαλεΐνης. Ογκομετρούμε με πρότυπο διάλυμα NaOH γνωστής συγκέντρωσης (πχ  $C=0,1$  M). Αν καταναλώθηκαν  $V$  mL από το διάλυμα του NaOH τότε αντέδρασαν  $C V$  moles NaOH, άρα και ίσα moles ελαϊκού οξέος που θεωρητικά κατά παραδοχή, υπάρχουν μέσα στο λάδι ( $M_r=282$ ).

Επομένως η οξύτητα είναι  $X = 0,282 C.V/m$  % w/w.

## ΦΥΛΛΟ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ ΚΑΙ ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΩΝ

**Προσδιορισμός της περιεκτικότητας του ξυδιού σε οξικό οξύ με την ογκομετρική μέθοδο.**

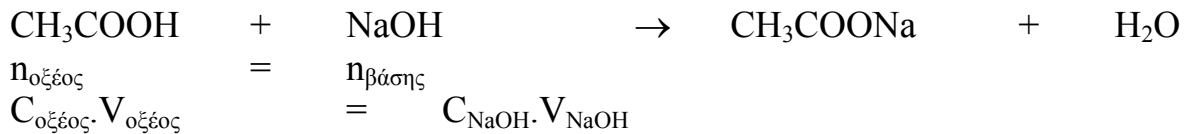
Όνοματεπώνυμο μαθητή: .....

Ημερομηνία: .....

Τμήμα: .....

| Μέτρηση                         | Αρχική ένδειξη προχοϊδας | Τελική ένδειξη προχοϊδας | Όγκος προτύπου διαλύματος 0,1 M NaOH |
|---------------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 1 <sup>η</sup>                  |                          |                          |                                      |
| 2 <sup>η</sup>                  |                          |                          |                                      |
| 3 <sup>η</sup>                  |                          |                          |                                      |
| Μέσος όρος ( $V_{NaOH}$ ) σε mL |                          |                          |                                      |

### Υπολογισμοί:



$$C_{\text{οξέος}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{οξέος}}} = \frac{0,1 \cdot V_{\text{ΤΣ}}}{10} = \dots\dots\dots \text{ mol/L (αραιωμένο διάλυμα)}$$

$$C_{\text{ξυδ}} = \frac{C_{\text{οξέος}} \cdot V_{\text{οξέος(αρ)}}}{V_{\text{ξυδ}}} = \frac{C_{\text{οξέος}} \cdot 100}{10} = \dots\dots\dots \text{ mol/L (στο ξύδι)}$$

Περιεκτικότητα % (w/v) του ξυδιού σε αιθανικό οξύ:

$$C_{\text{ξυδ}} \cdot \frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 60 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot \frac{0,1 \text{ L}}{100 \text{ mL}} = \dots\dots\dots \text{ g αιθανικού οξέος / 100 mL ξυδιού}$$

|                                 |     |
|---------------------------------|-----|
| Μέση τιμή όγκου διαλύματος NaOH | ml  |
| mol NaOH                        | mol |
| mol CH <sub>3</sub> COOH        | mol |
| Περιεκτικότητα ξυδιού % w/v     | w/v |