



Πολυτεχνείο Κρήτης- Τμήμα Μηχανικών Περιβάλλοντος
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΦΥΣΙΚΟΧΗΜΕΙΑΣ, 4^ο Εξάμηνο

ΕΚΧΥΛΙΣΗ

4^η Εργαστηριακή Άσκηση

Ομάδα Ε

Ημερομηνία : 17 Απριλίου 2019

Μέλη: Ευαγγέλου Παναγιώτης Α.Μ. 2017050109

Ολύμπιος Πέτρος Α.Μ. 2017050107

Χατζηαθανασίου Χρύσω Α.Μ. 2017050111

Κανναβιάς Χρύσανθος Α.Μ. 2017050104

Ματάνοβιτς Μυρτώ Α.Μ.2014050128



Ερώτηση 1: Ποιοί είναι στο πείραμα μας οι δύο υγροί διαλύτες; Ποιός είναι ο οργανικός και ποιός ο ανόργανος; Ποιά είναι η διαλυμένη ουσία;

Στο πείραμα μας οι δυο υγροί διαλύτες που χρησιμοποιήσαμε είναι ο βουτυλικός αιθυλεστέρας ο οποίος είναι οργανικός διαλύτης και το νερό το οποίο είναι ανόργανος διαλύτης. Η διαλυμένη ουσία είναι ο χαλκός.

Ερώτηση 2: Πώς διαπιστώνουμε στο πείραμα μας ότι οι δύο υγροί διαλύτες δεν αναμιγνύονται μεταξύ τους;

Το γεγονός ότι δεν αναμιγνύονται οι δυο υγροί διαλύτες μεταξύ τους διαπιστώνετε οπτικά. Πιο συγκεκριμένα οι δυο υγροί διαλύτες σχηματίζουν δυο ευδιάκριτες στοιβάδες, την άνω η οποία είναι οργανική (που έχει χρώμα κίτρινο) και την κάτω ο οποίος είναι ο ανόργανος διαλύτης το νερό. Αυτό οφείλετε στην διάφορα πυκνότητας του οργανικού διαλύτη που είναι μικρότερη από του ανόργανου διαλύτη.

Ερώτηση 3: Στην δεύτερη εκχύλιση φυλάσσουμε την υδατική στοιβάδα μετά την πρόσθεση του βουτυλικού αιθυλεστέρα. Εξηγείστε (με βάση τα αποτελέσματα του φωτόμετρου στην τρίτη εκχύλιση) γιατί φυλάσσουμε αυτήν την υδατική στοιβάδα και γιατί ένα μικρό ποσό της διαλυμένης ουσίας παραμένει στην οργανική φάση (διαλυμένο μέσα στο νερό), δηλαδή μέσα στην υδατική στοιβάδα που έχουμε φυλάξει.

Ο λόγος για τον οποίο φυλάχτηκε ένα μέρος της υδατικής στοιβάδας από την δεύτερη εκχύλιση είναι για να διεξαχθεί και μία τρίτη εκχύλιση μέσω της οποίας θα ελεγχθεί αν υπάρχουν υπολείμματα χαλκού στην υδατική στοιβάδα. Πιο συγκεκριμένα, σύμφωνα με τα αποτελέσματα του φασματοφωτόμετρου φαίνεται ότι πράγματι υπήρχε μία μικρή ποσότητα χαλκού αφού η απορρόφηση A_3 ισούται με 0,065 και είναι μικρότερη από την πρώτη και ακόμα πιο μικρή από την δεύτερη ($A_3 < A_1 < A_2$). Αυτό υποδεικνύει και ο νόμος της κατανομής, σύμφωνα με τον οποίο, ποσοστό της διαλυμένης ουσίας υπάρχει και στον διαλύτη 1 και στον διαλύτη 2. Παρόλα αυτά, το μεγαλύτερο ποσοστό διαλυμένης ουσίας είναι στην οργανική φάση, κάτι το οποίο αποδεικνύεται από το αποτελέσματά μας $A_2 = 0,470$ και $A_3 = 0,065$. Άρα, $A_2 > A_3$ και σύμφωνα με τη σχέση $C = k \cdot A \rightarrow C_2 > C_3$.

Ερώτηση 4: Από τα αποτελέσματα του πειράματος σας επιβεβαιώνεται η διαπίστωση που γίνεται στις εργαστηριακές σημειώσεις στη σελ. 49, ότι: «Η ουσία κατανέμεται μεταξύ των δύο φάσεων (δηλ. των δύο υγρών που δεν αναμιγνύονται) με ορισμένη αναλογία... », δηλαδή ότι υπάρχει ποσοστό διαλυμένης ουσίας και στις δύο φάσεις (ανόργανη και οργανική); Σε ποία φάση είναι η περισσότερη διαλυμένη ουσία;

Η τρίτη εκχύλιση έγινε με σκοπό να επιβεβαιώσουμε την διαπίστωση ότι υπάρχει ποσοστό ουσίας και στην οργανική και στην ανόργανη φάση κάτι το οποίο επιβεβαιώνουν τα πειραματικά μας αποτελέσματα. Η εκχύλιση αυτή μας έδειξε ότι στην υδατική στοιβάδα υπήρξε μια μικρή ποσότητα διαλυμένης ουσίας αφού η απορρόφηση μετρήθηκε $A_3=0,065$ ενώ κατά την δεύτερη εκχύλιση η ποσότητα αυτή μετρήθηκε $A_2=0,470$ η οποία είναι πολύ μικρότερη.

Ερώτηση 5: Η διαλυμένη ουσία στο πείραμα μας είναι πολική ή μη πολική οργανική ένωση; Εξηγείστε με βάση τα αποτελέσματα που παίρνετε από το φωτόμετρο.

Σύμφωνα με τη θεωρία, στη διαδικασία της εκχύλισης τα ανόργανα ιόντα και οι πολικές οργανικές ενώσεις βρίσκονται σε μεγαλύτερο ποσοστό στην ανόργανη φάση (υδατική στιβάδα) καθώς έχουν μια φυσική τάση διάλυσης σε αυτή. Αντίθετα, οι μη πολικές οργανικές ενώσεις βρίσκονται σε μεγαλύτερο ποσοστό στην οργανική φάση. Στην περίπτωση μας, με βάση τα αποτελέσματά φαίνεται ότι το μεγαλύτερο ποσοστό της διαλυμένης ουσίας, δηλαδή του διαιθυλοδιθειοκαρβαμιδικού χαλκού, βρίσκεται στην οργανική στοιβάδα ($C_2 > C_3$). Οπότε, διαπιστώνουμε ότι η διαλυμένη μας ουσία είναι μη πολική οργανική ένωση.

Ερώτηση 6: Στις εργαστηριακές σημειώσεις στην σελίδα 50 γράφει για τον συντελεστή κατανομής K_D . Εάν θεωρήσετε ότι ως διαλύτη 1 τον ανόργανο διαλύτη και ως διαλύτη 2 τον οργανικό, εξηγήστε τι τιμή αναμένετε να έχει για το πείραμα σας το K_D , μικρότερη ή μεγαλύτερη της μονάδας; Επιβεβαιώνεται η πρόβλεψη σας από τα αποτελέσματα του πειράματος;

Όπως προαναφέρθηκε στο θεωρητικό υπόβαθρο ο συντελεστής κατανομής K_D ορίζεται ως εξής:

$$K_D = \frac{C_1}{C_2}$$

C_1 : η συγκέντρωση στον ανόργανο διαλύτη

C_2 : η συγκέντρωση στον οργανικό διαλύτη

Αν θεωρήσουμε ως διαλύτη 1 τον ανόργανο διαλύτη και ως διαλύτη 2 τον οργανικό, περιμένουμε ότι η τιμή του συντελεστή κατανομής θα είναι μικρότερη της μονάδας, αφού η διαλυμένη ουσία είναι μη πολική οργανική ένωση. Επίσης, επειδή το περισσότερο ποσοστό της διαλυμένης ουσίας βρίσκεται στην οργανική φάση, θα ισχύει ότι $C_2 > C_1$. Άρα, προκύπτει $K_D < 1$.

Η πρόβλεψη αυτή επιβεβαιώνεται από τα πειραματικά μας αποτελέσματα καθώς οι απορροφήσεις που μετρήσαμε ήταν $A_{org} = 0,470$ και $A_{anorg} = 0,065$ και η απορρόφηση είναι ανάλογη της συγκέντρωσης κάτι το οποίο φαίνεται στον τύπο:

$$A = -\log T = -\log \frac{I}{I_0} = \epsilon b C$$

Ερώτηση 7: Α) Ποίο είναι το νόημα της χρησιμοποίησης τυφλού δείγματος στο φωτόμετρο; Β) Γιατί χρησιμοποιούμε ως τυφλό δείγμα τον βουτυλικό αιθυλεστέρα;

Α) Η παρασκευή και χρήση του τυφλού διαλύματος κρίνεται απαραίτητη καθώς το φωτόμετρο πριν από τη μέτρηση των διαλυμάτων πρέπει να μηδενιστεί για να είναι σωστή η βαθμονόμηση του φωτομέτρου.

B) Ως τυφλό δείγμα χρησιμοποιήθηκε ο βουτυλικός αιθυλεστέρας γιατί αυτός ήταν και ο διαλύτης του πειράματος. Στις φασματοφωτομετρικές μετρήσεις είναι απαραίτητο να μετράται η απορρόφηση της ακτινοβολίας που οφείλεται μόνο στη διαλυμένη ουσία του διαλύματος προκειμένου να γίνει σωστά ο υπολογισμός της συγκέντρωσης της διαλυμένης ουσίας. Γι αυτό το λόγο και παρασκευάζονται τα τυφλά δείγματα τα οποία στην πραγματικότητα είναι οι διαλύτες των διαλυμάτων.

Ερώτηση 8: Σε ποιο/ποια από τα τρία στάδια της εκχύλισης βρίσκεται ο χαλκός διαλυμένος στην οργανική φάση και σε ποιο/ποια στη ανόργανη; Εξηγήστε.

Η διαδικασία της εκχύλισης έγινε διαδοχικά σε 3 διαφορετικά στάδια. Στο πρώτο στάδιο της εκχύλισης ο χαλκός είναι διαλυμένος στην ανόργανη φάση. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι ακόμα δεν έχει προστεθεί ο οργανικός διαλύτης (βουτυλικός αιθυλεστέρας) αλλά μόνο ο υδατικός διαλύτης. Στο δεύτερο στάδιο της εκχύλισης στον υδατικό διαλύτη προστέθηκε και ο οργανικός διαλύτης. Έτσι ο χαλκός ως μη πολική οργανική ένωση βρίσκεται σε μεγαλύτερο βαθμό στην οργανική φάση, ενώ θα μπορούσε να παραμείνει και μια μικρή ποσότητα από το χαλκό στην υδατική φάση. Στο τέλος του δεύτερου σταδίου της εκχύλισης αφαιρέθηκε η υδατική στοιβάδα και παρέμεινε μόνο η οργανική. Συνεπώς, στο τρίτο και τελευταίο στάδιο της εκχύλισης ο χαλκός παρουσιάζεται στην οργανική φάση.

Ερώτηση 9: Εξηγήστε τους λόγους που είναι αναγκαία η προσθήκη του EDTA στο πρώτο στάδιο της εκχύλισης και του H_2SO_4 στο δεύτερο στάδιο της εκχύλισης.

Το EDTA προστέθηκε στο πρώτο στάδιο της εκχύλισης. Αυτό έγινε επειδή το EDTA είναι χηλικό αντιδραστήριο και δεσμεύει τις παρεμποδίσσεις που υπάρχουν στο δείγμα όπως άλλα μεταλλοϊόντα τα οποία θα μπορούσαν να ενωθούν με το ογκώδες οργανικό ανιόν. Το θειικό οξύ προστέθηκε στο δεύτερο στάδιο της εκχύλισης αφού έχει αφαιρεθεί η υδατική στοιβάδα. Ο λόγος για τον οποίο προστέθηκε είναι το ότι το θειικό οξύ είναι αφυδατική ουσία και έχει τη δυνατότητα να δεσμεύσει τα υπολείμματα υγρασίας από την οργανική στοιβάδα η οποία θέλουμε να μετρηθεί. Έτσι εξασφαλίζεται το γεγονός ότι το αποτέλεσμα που θα προκύψει από την φωτομέτρηση θα αναφέρεται μόνο στην οργανική στοιβάδα η οποία μας ενδιαφέρει.

Ερώτηση 10: Γιατί κατά την διάρκεια της δεύτερης εκχύλισης φυλάσσουμε την υδατική στοιβάδα; Ποιο είναι το νόημα της δεύτερης και τρίτης εκχύλισης;

Κατά τη διάρκεια της δεύτερης εκχύλισης η υδατική στοιβάδα φυλάσσεται με απώτερο σκοπό να διαπιστώσουμε εάν μετά την προσθήκη της οργανικής στοιβάδας στο διάλυμα δηλαδή στο σημείο που ο χαλκός επειδή είναι μη πολική οργανική ουσία διαλύεται, παραμένει ορισμένη ποσότητα χαλκού ακόμα και αν είναι μικρή στην υδατική στοιβάδα. Επομένως, σκοπός της τρίτης εκχύλισης είναι να διαπιστωθεί εάν κάποια ποσότητα από το χαλκό παραμένει στην υδατική στοιβάδα ή εάν όλη η ποσότητα αυτού διαλύεται στην οργανική φάση. Όπως αντιλαμβανόμαστε και από τις τιμές της απορρόφησης που προκύπτουν μέσα από το πείραμα μας, όντως μια μικρή ποσότητα από το χαλκό βρίσκεται διαλυμένη στην υδατική στοιβάδα. Αντίθετα, σκοπός της δεύτερης εκχύλισης είναι να γίνει σύγκριση των αποτελεσμάτων αυτής της εκχύλισης σε σχέση με την πρώτη εκχύλιση. Πρέπει να αναφερθεί ότι, κατά τη διάρκεια της πρώτης εκχύλισης η ποσότητα του βουτυλικού αιθυλεστέρα που προστέθηκε ήταν 20 mL ενώ στη δεύτερη εκχύλιση ήταν 10 mL διαλύτη στην ίδια ποσότητα χαλκού. Με τη διαφορετική ποσότητα του βουτυλικού αιθυλεστέρα επιτυγχάνεται να δημιουργηθεί και διαφορετική ποσότητα από την οργανική στοιβάδα. Συνεπώς, είναι εφικτό να διαπιστώσουμε αν η μεγαλύτερη ποσότητα της οργανικής φάσης διαλύει μεγαλύτερη ποσότητα από τη διαλυμένη ουσία που είναι ο χαλκός.

Ερώτηση 11: Στην δεύτερη εκχύλιση προσθέτουμε την μισή ποσότητα βουτυλικού αιθυλεστέρα και υπολογίζουμε (όπως και στην πρώτη εκχύλιση) την απορρόφηση του σύμπλοκου του χαλκού (κολλοειδές αιώρημα του διαιθυλοδιθειοκαβαμιδικού χαλκού). Πόση αναμένουμε να είναι η δεύτερη απορρόφηση σε σύγκριση με την πρώτη και γιατί; Επιβεβαιώνεται (ποιοτικά και ποσοτικά) η πρόβλεψη σας από τα αποτελέσματα του πειράματος; Εξηγείστε. Συγκρίνετε και σχολιάστε τα αποτελέσματα της φωτομετρικής ανάλυσης των τριών εκχυλίσεων.

Στην πρώτη εκχύλιση προστέθηκαν 20 ml βουτυλικού αιθυλεστέρα ο οποίος είναι και ο διαλύτης στο διάλυμα που προκύπτει. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα ο τελικός όγκος του διαλύματος της πρώτης εκχύλισης να είναι $V_1 = 20 \text{ mL}$, ενώ η απορρόφηση που μετρήθηκε με το φωτόμετρο είναι $A_1 = 0,244$. Όπως ειπώθηκε και παραπάνω κατά τη διάρκεια της δεύτερης εκχύλισης προστέθηκε η μισή ποσότητα του βουτυλικού αιθυλεστέρα, ενώ η ποσότητα του χαλκού που χρησιμοποιήθηκε παρέμεινε σταθερή. Συνεπώς στη δεύτερη

εκχύλιση ο όγκος του διαλύματος ήταν $V_2=10$ mL και η απορρόφηση που μετρήθηκε $A_2=0,470$. Για την πρώτη εκχύλιση ισχύει:

$$C_1 = \frac{n}{V_1} = \frac{n}{20}$$

Για τη δεύτερη εκχύλιση ισχύει:

$$C_2 = \frac{n}{V_2} = \frac{n}{10}$$

Επειδή η ποσότητα των mol παραμένει σταθερή και από τις δύο παραπάνω σχέσεις προκύπτει ότι: **$C_2=2C_1$** .

Η απορρόφηση από την άλλη μεριά είναι ανάλογη της συγκέντρωσης και περιγράφεται από την παρακάτω σχέση για την πρώτη εκχύλιση:

$$A_1 = \varepsilon * b * C_1$$

Για τη δεύτερη εκχύλιση ισχύει:

$$A_2 = \varepsilon * b * C_2$$

Επειδή όμως τόσο ο μοριακός συντελεστής της απορρόφησης όσο και το μήκος της διαδρομής της προσπίπτουσας ακτινοβολίας παραμένουν σταθερά (στον τύπο της απορρόφησης μεταβάλλεται μόνο η συγκέντρωση του διαλύματος) προκύπτει ότι: **$A_2=2A_1$** .

Συνεπώς η απορρόφηση που αναμένεται να προκύψει από τη δεύτερη εκχύλιση είναι διπλάσια από αυτήν της πρώτης.

Από τα αποτελέσματα της πειραματικής διαδικασίας ($A_1=0,244$ και $A_2=0,470$) προκύπτει ότι όντως η απορρόφηση της δεύτερης εκχύλισης είναι διπλάσια της απορρόφησης στην πρώτη εκχύλιση.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- Ιωάννης Γεντεκάκης, 2010, Φυσικές διεργασίες ανάλυση και σχεδιασμός, εκδόσεις κλειδάριθμος
- Ιωάννης Γεντεκάκης, ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΕΣ ΑΣΚΗΣΕΙΣ ΦΥΣΙΚΟΧΗΜΕΙΑΣ