



μ μ μ μ μ
μ μ.
μ
4
μ

■

- μ

✓

✓

✓

✓

□

□

μ

μ

μ

μ

μ

μ

μ

μ

μ

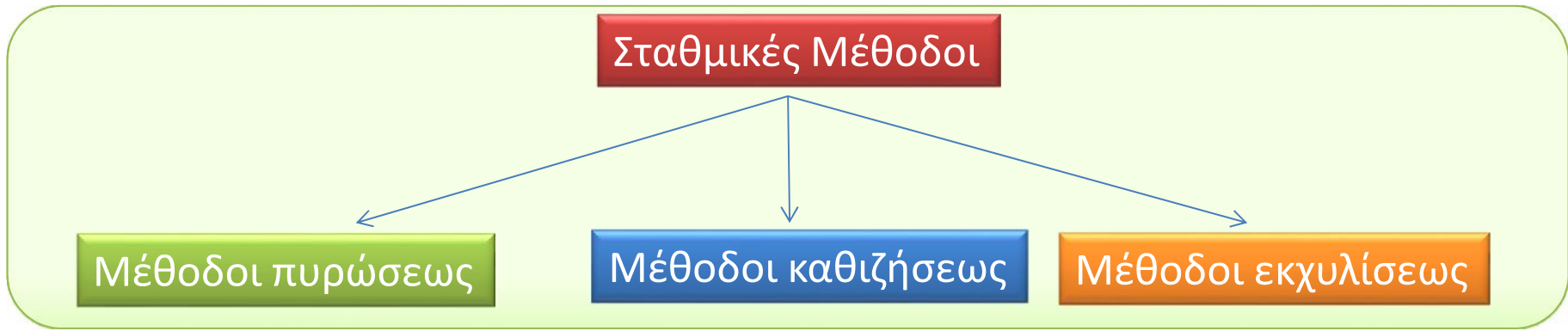
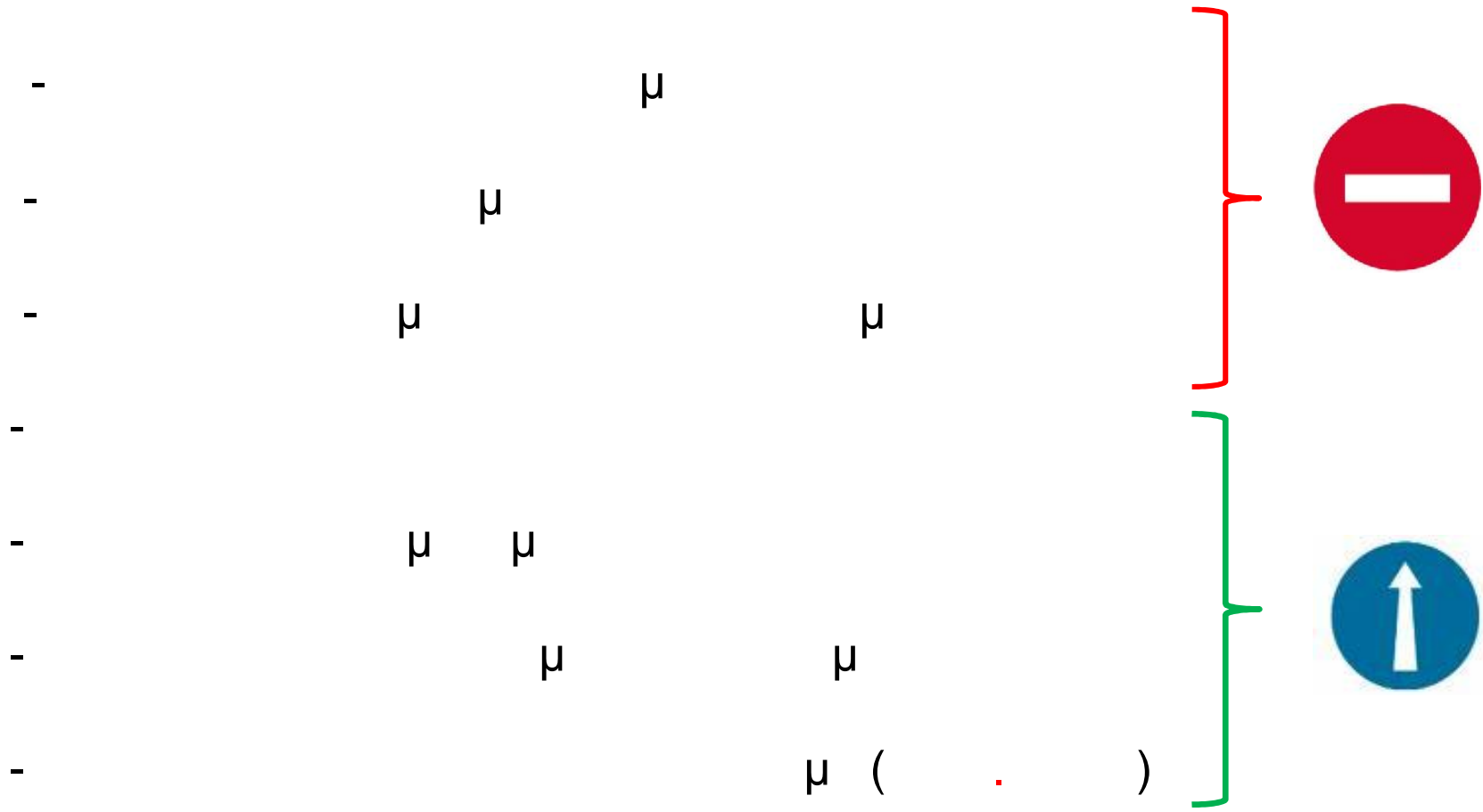
μ

μ

,

μ





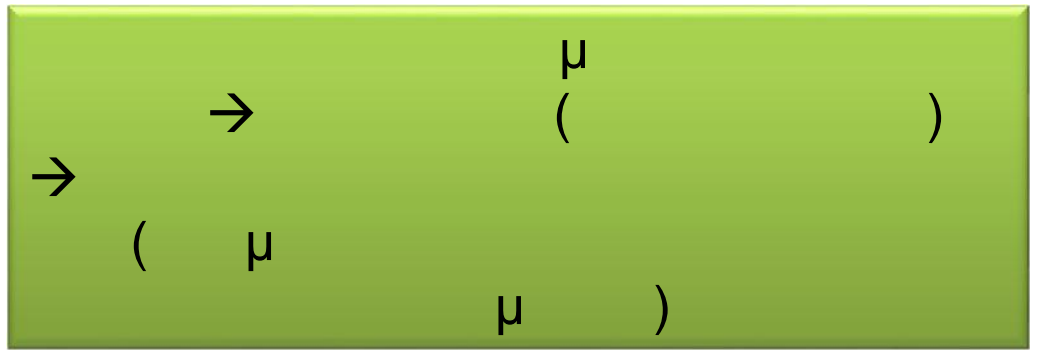
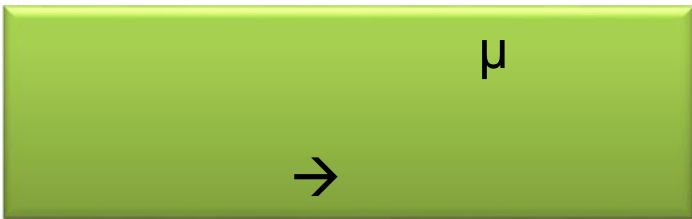
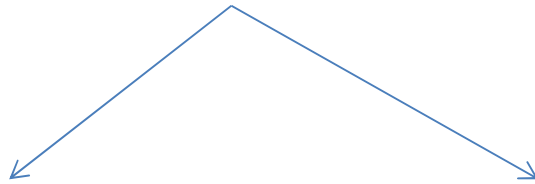
✓

✓

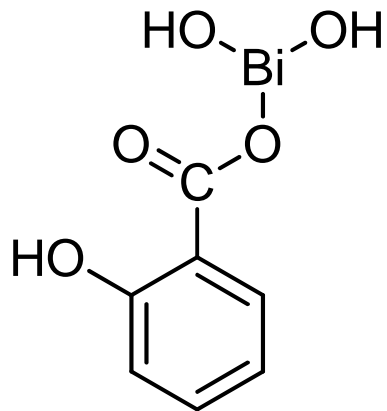
✓

μ

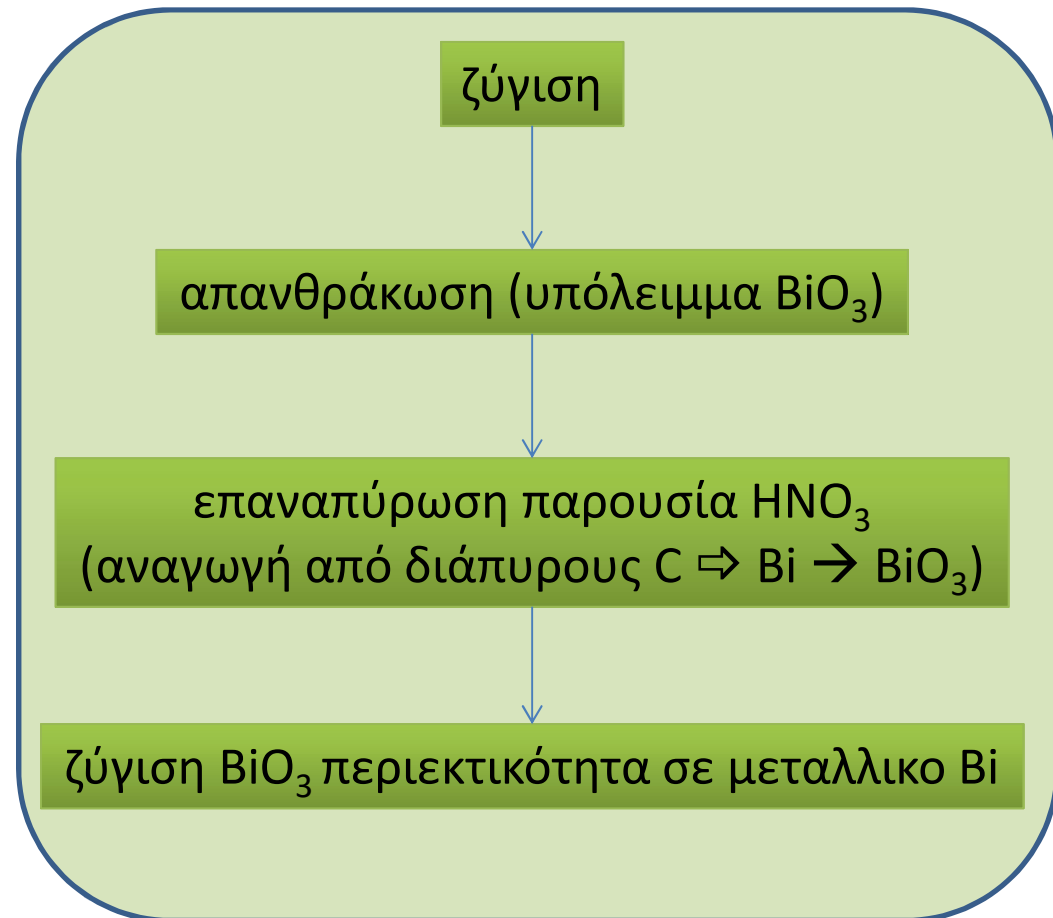
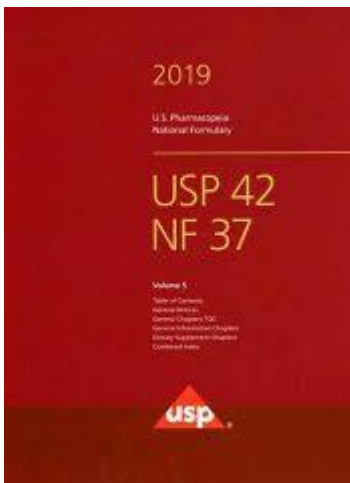
(μ μ μ)

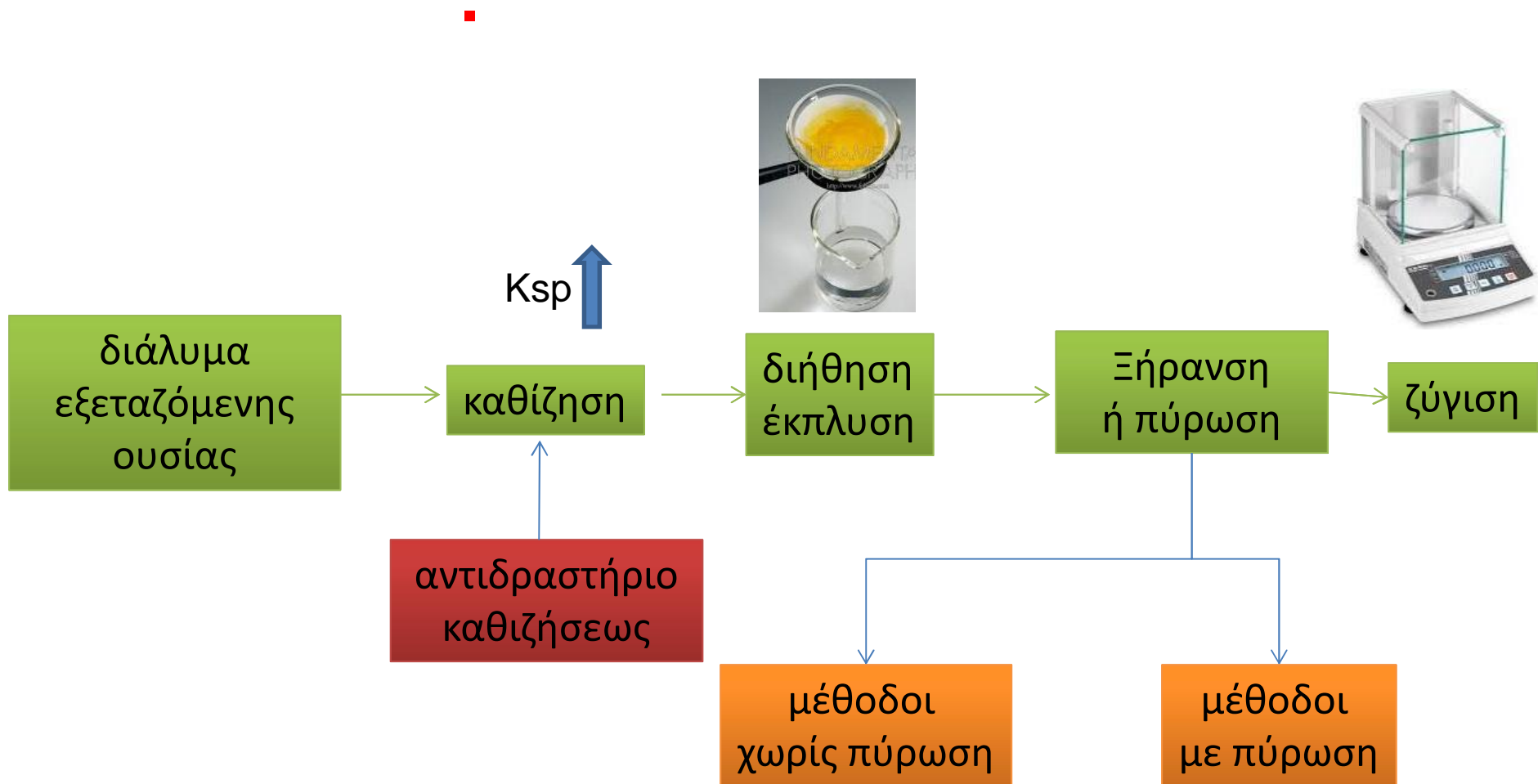


Πύρωση χωρίς προηγούμενη κατεργασία



βασικό σαλικυλικό βισμούθιο





H

μ

Μέθοδοι καθίζησης χωρίς πύρωση

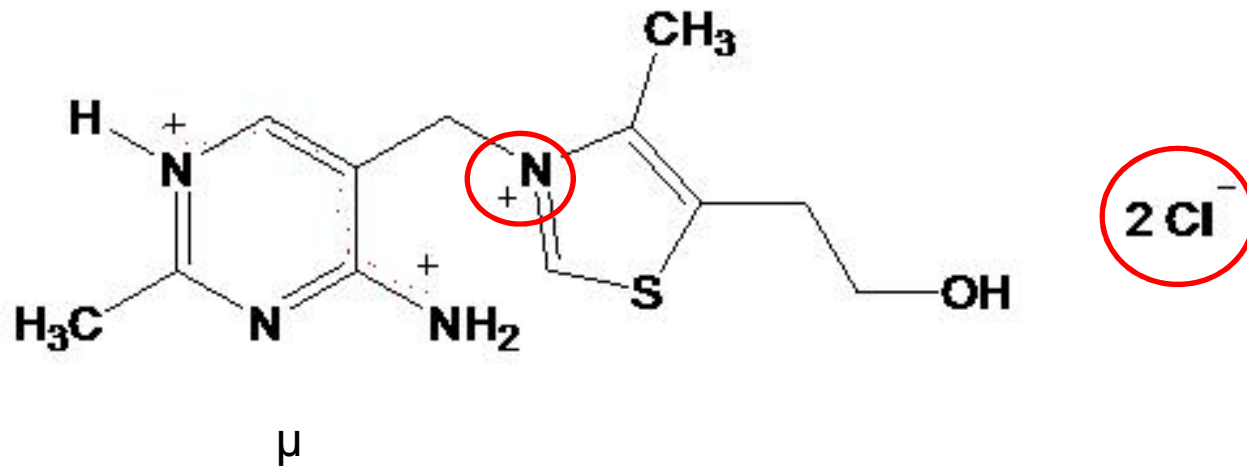
✓ Τ μ ,

✓ μ μ

1. Προσδιορισμός χλωριούχων ιόντων:

□ μ

2. Προσδιορισμός υδροχλωρικής θειαμίνης (βιταμίνη B1):

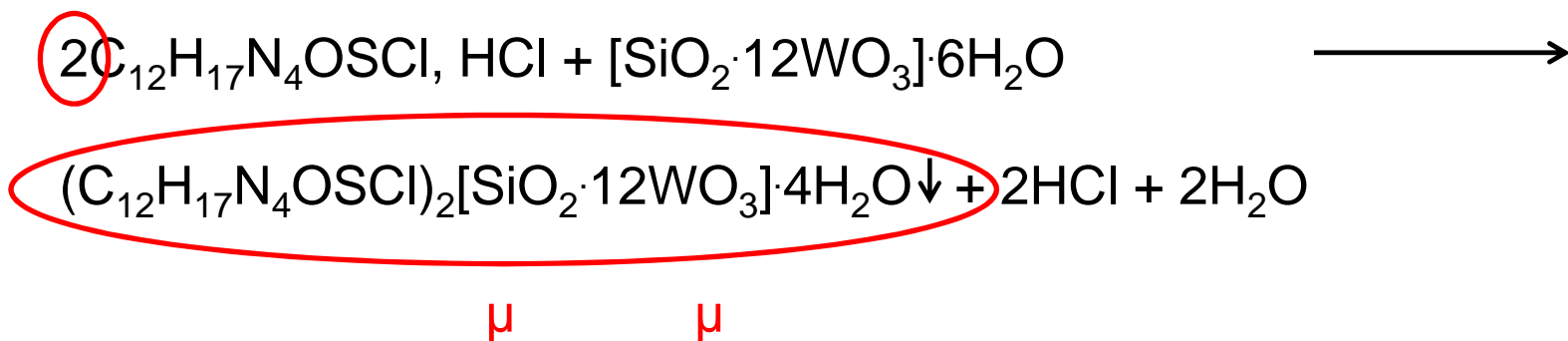


-
-

μ μ



- μ μ
- μ (sp >>), > 99,9% 1 μ
- To μ μ 10% (1.85% SiO₂ / 85% WO₃)
- μ) μ μ
- μ μ 10% HCl



ίζημα → διήθηση (εν θερμώ) → έκλυση (5% HCl), H₂O και ακετόνη → ξήρανση (105°C)

- $t_1 = 337,3$

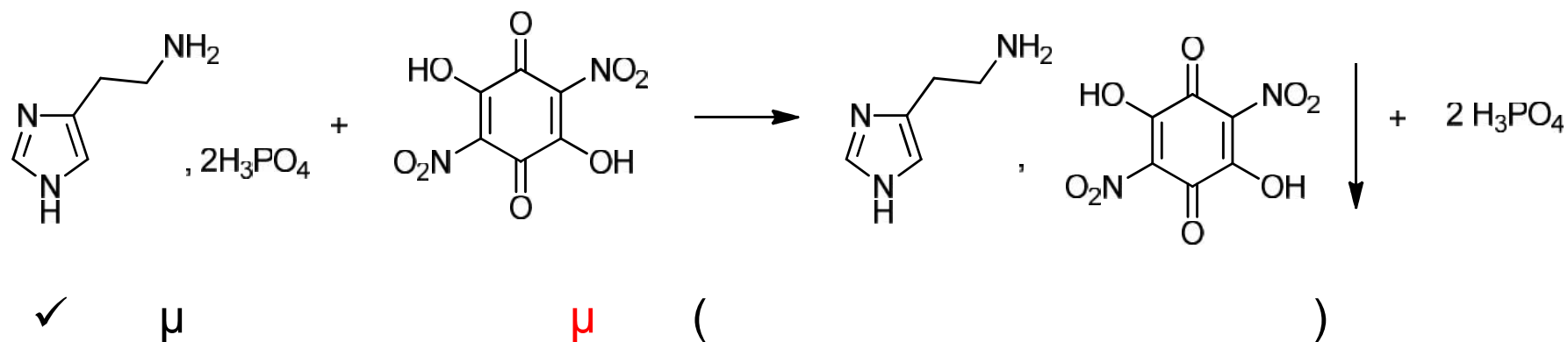
- $t_s = 3480$

- μ 2μ 1 1μ μ , 1 g
 μ $0,1936 \text{ g B1.}$

- $(=0,194), \mu$ μ μ μ ()
 μ)

- . μ

3. Προσδιορισμός φωσφορικής ισταμίνης:



Υδατικό διάλυμα φ. Ισταμίνης + αλκοολικό διάλυμα

1. Προσθήκη EtOH
(η νιτρανιλική ισταμίνη είναι αδιάλυτη)
2. Παγόλουτρο (~3 h)



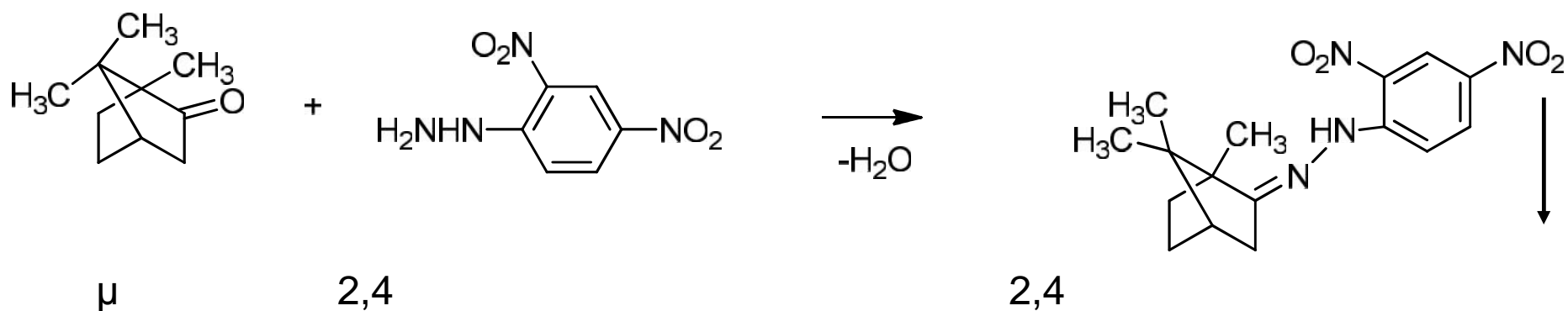
Διήθηση (χωνί Gooch)

- Έκπλυση
1. EtOH
 2. Et₂O

Ξήρανση (130 °C), Ζύγιση

Σταθμικός συντελεστής 1 g ιζήματος → 0,8998 g φωσφορικής ισταμίνης

4. Προσδιορισμός καφουράς (καμφοράς):



Διάλυση σε αιθανόλη (ελεύθερη αλδεϋδών) + 2,4-δινιτροφαινυλδραζίνη (1,5% σε 20% H₂SO₄)

1. Θέρμανση 4 h
2. Αραίωση με 2% H₂SO₄
3. 24 h (κρυστάλλωση)

1. Διήθηση (χωνευτήριο Gooch)
2. Έκπλυση με H₂O μέχρι ουδέτερης αντίδρασης
3. Ξήρανση 80 °C

Σταθμικός συντελεστής 1 g ιζήματος → 0,458 g καμφοράς

Μέθοδοι καθίζησης και πύρωσης

- ✓ Πύρωση του ιζήματος σε ορισμένη θερμοκρασία
- ✓ Μετατροπή του σε ζυγίσιμη μορφή (σε ορισμένες περιπτώσεις το ίζημα δεν είναι ζυγίσιμο με μεταβαλλόμενη σύσταση και με την πύρωση σταθεροποιείται σε χημική ένωση με σαφή σύσταση)
- ✓ Προσδιορισμοί ιόντων

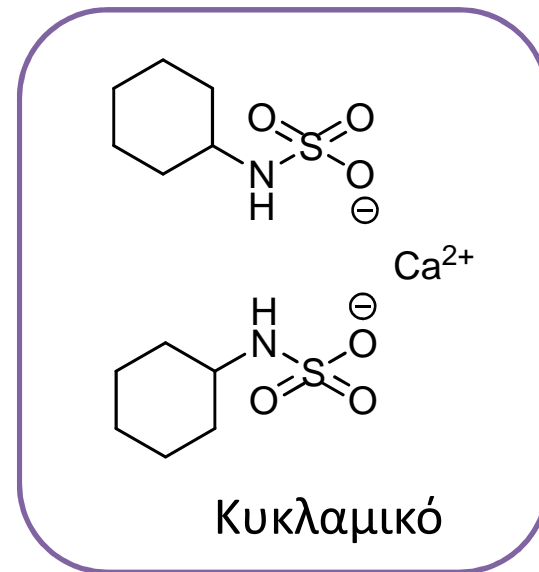
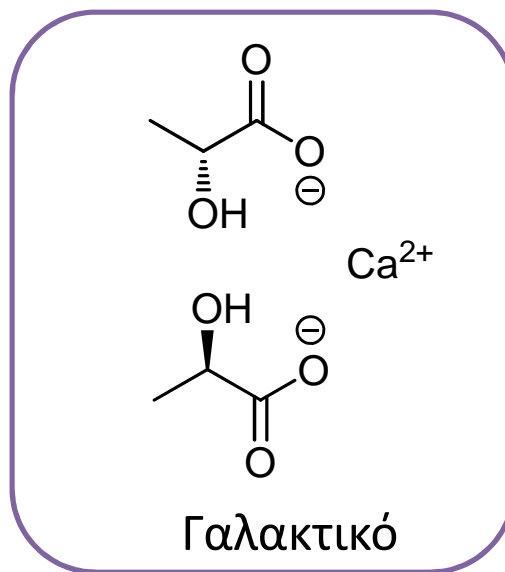
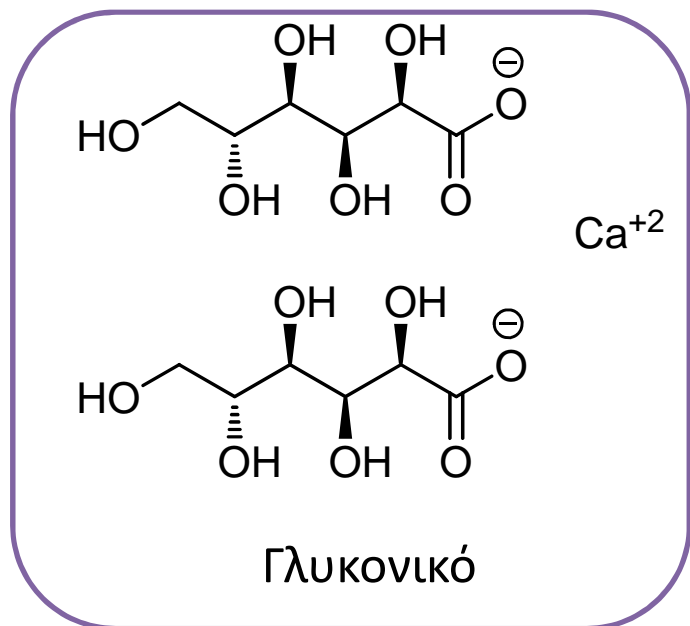


1. Προσδιορισμός ιόντων ασβεστίου:

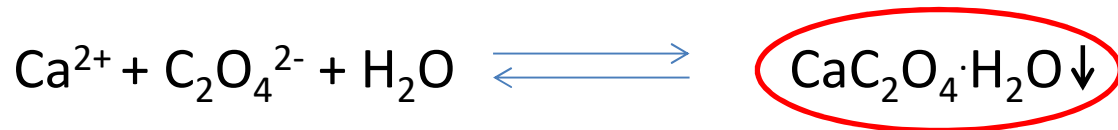
ΔΕΝ χρησιμοποιείται πλέον για τον προσδιορισμό Ca^{2+} (οξειδομετρικά, συμπλοκομετρικά με EDTA) αλλά ΜΟΝΟ για τον προσδιορισμό αλάτων Ca^{2+} (Χλωριούχο, Γλυκονικό, Γαλακτικό, Ανθρακικό, Κυκλαμικό)

Χλωριούχο CaCl_2

Ανθρακικό CaCO_3



-Βασίζεται στην καθίζηση των ιόντων Ca^{2+} με **οξαλικά ιόντα**.



μονοϋδρίτης του οξαλικού ασβεστίου

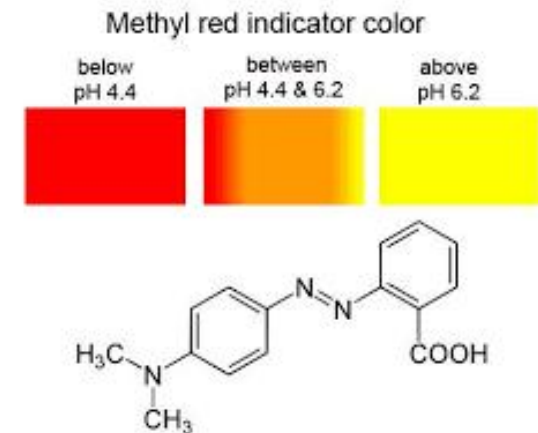
-Το οξαλικό ασβέστιο είναι διαλυτό στο όξινο περιβάλλον.

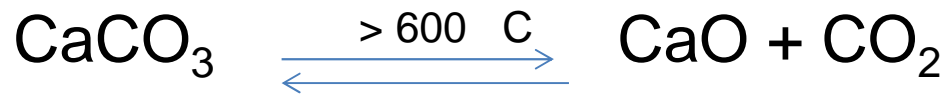
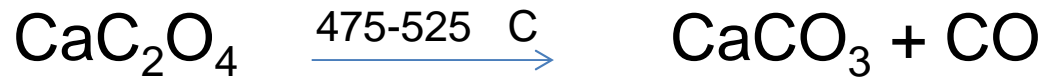


-Για να εξασφαλιστεί ο ποσοτικός χαρακτήρας της καταβύθισης προστίθεται αμμωνία (δείκτης ερυθρό του μεθυλίου)

-Με τη ξήρανση το ίζημα χάνει σταδιακά νερό

-Για να σταθεροποιηθεί το ίζημα πυρώνεται





- Προτιμητέο το ανθρακικό ασβέστιο

- Δύσκολο να κρατηθεί η πύρωση στους 475-525 °C για να ληφθεί CaCO_3 για αυτό πάμε σε CaO με πύρωση στους 1100 °C (προσοχή....υγροσκοπικό + CO_2)

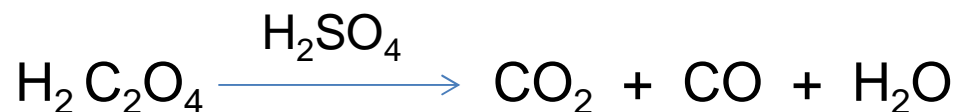
- Ξηραντήρας με αδρανές αέριο

1. Προσδιορισμός ιόντων ασβεστίου: (ΠΑΡΑΛΛΑΓΗ)

-Το ίζημα του οξαλικού ασβεστίου μετά τη ΔΙΗΘΗΣΗ, ΞΗΡΑΝΣΗ & ΚΑΥΣΗ του ηθμού διαβρέχεται με θειϊκό οξύ

-Ακολουθεί πύρωση έως σταθερής μάζας. Το οξαλικό ασβέστιο μετατρέπεται σε θειϊκό ασβέστιο

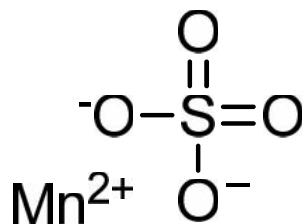
-Το οξαλικό οξύ που απελευθερώνεται, διασπάται κατά την πύρωση



2. Προσδιορισμός ιόντων μαγνησίου:

Αφορά τον προσδιορισμό Mg^{2+} στα άλατά του (Χλωριούχο, Θειϊκό) ή το οξείδιο του μαγνησίου (μαγνησία)

Θειϊκό μαγνήσιο



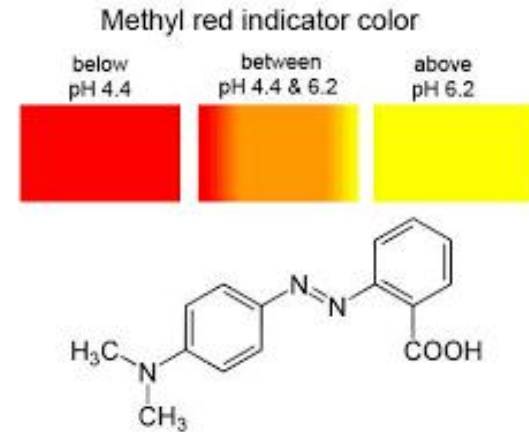
Χλωριούχο μαγνήσιο



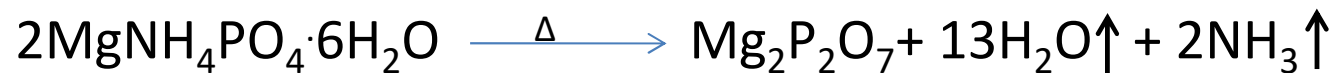
Οξείδιο του μαγνησίου



-Βασίζεται στη διάλυση τους με HCl και στην καθίζηση των ιόντων Mg^{2+} με **μονόξινα φωσφορικά ιόντα** παρουσία αμμωνίας (ερυθρό του μεθυλίου)



εναμμώνιο φωσφορικό μαγνήσιο



Ο εξαϋδρίτης του εναμμώνιου φωσφορικού μαγνησίου δεν είναι ζυγίσιμη μορφή ιζήματος και σταθεροποιείται με πύρωση (1100 °C), οπότε μετατρέπεται σε **πυροφωσφορικό μαγνήσιο**

3. Προσδιορισμός θειϊκών ιόντων:

-Η μέθοδος βασίζεται στην κλασική καθίζηση των θειϊκών ως **θειϊκό βάριο** μετά από προσθήκη χλωριούχου βαρίου



250 mg
 Na_2SO_4

250mL H_2O

1mL HCl

μ

BaCl₂
10 mL

H₂O

600°C

20

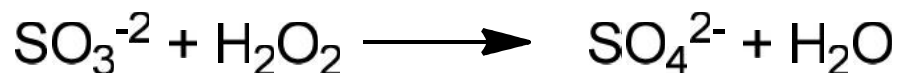
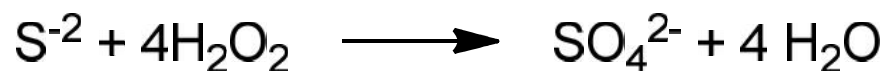
3. Προσδιορισμός θειϊκών ιόντων: (ΚΑΘΙΖΗΘΕΝ ΘΕΙΟ)

-Π.χ. στην αλοιφή θείου (10% καθιζηθέν θείο, 10% παραφινέλαιο, 80% λευκή αλοιφή)

-Αντίδραση αυτοξειδοαναγωγής του δείγματος με **βρασμό** με διάλυμα **NaOH** για να διαλυθεί το θείο:



-Οξείδωση των θειούχων και θειωδών ιόντων προς θειϊκά ιόντα

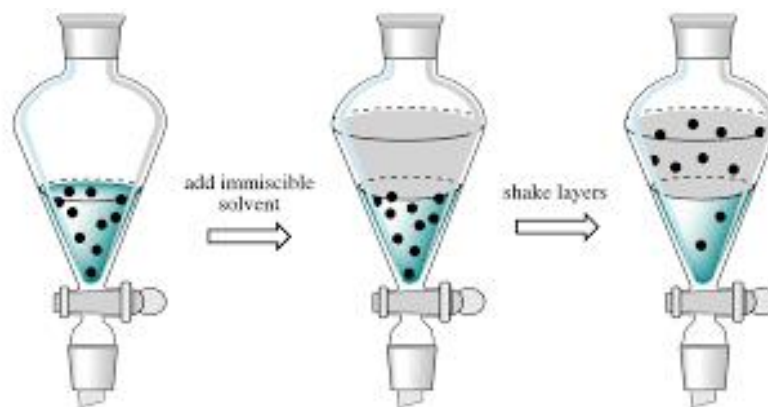


Καθίζηση των θειϊκών με χλωριούχο βάριο....

■

- ✓ Γενικότερη μέθοδος, πέραν της σταθμικής ανάλυσης
- ✓ Πολύ μεγάλη εφαρμογή σε βιολογικά δείγματα
- ✓ Εφαρμογή και σε σκευάσματα, π.χ. κρέμες, αλοιφές κτλ

Η εκχύλιση είναι μέθοδος διαχωρισμού ενός συστατικού από **στερεό** ή **υγρό** μείγμα με κατάλληλη κατεργασία



Εκχύλιση στερεών

- ✓ Γίνεται κατεργασία του μείγματος με διαλύτη στον οποίο το προς διαχωρισμό συστατικό παρουσιάζει **εκλεκτική διαλυτότητα**
- ✓ Το δείγμα σε λεπτή κονιοποιημένη μορφή (π.χ. δισκία)
- ✓ Προσθήκη του κατάλληλου διαλύτη & ανάδευση
- ✓ Διήθηση για να απομακρυνθούν τα αδιάλυτα συστατικά (π.χ. έκδοχα)
- ✓ Ανάλυση με i) εξάτμιση και ζύγιση, ii) ογκομέτρηση, iii) φασματοφωτόμετρο, iv) HPLC κτλ

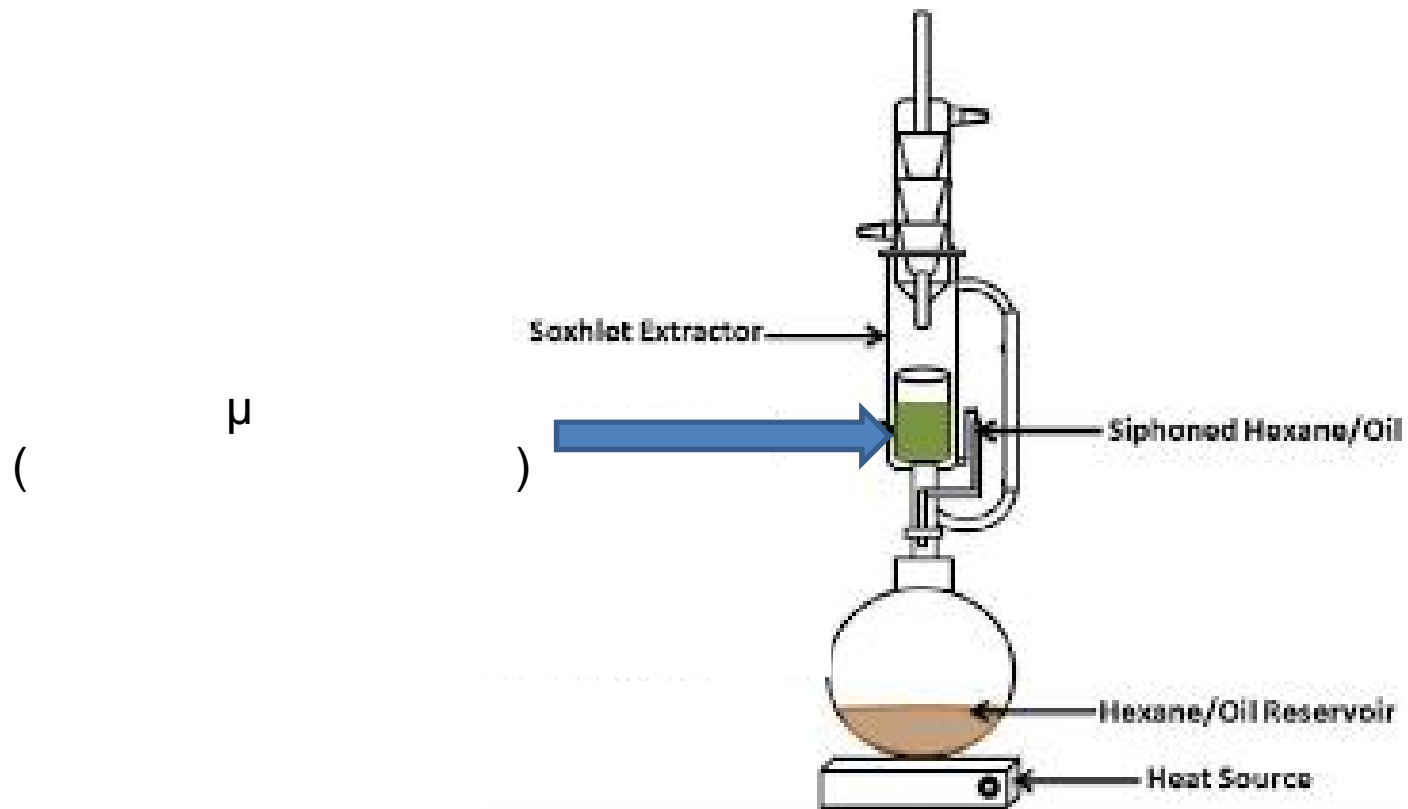
- ✓ Ειδικά για την περίπτωση της σταθμικής ανάλυσης, **εξατμίζεται ο διαλύτης** από το διήθημα και το υπόλειμα μετά από **ξήρανση** μέχρι σταθερής μάζας **ζυγίζεται**



- ✓ Στερείται εκλεκτικότητας και έχει αντικατασταθεί

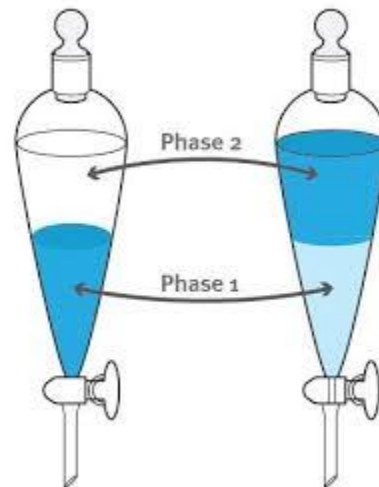


- ✓ Αν ο διαχωρισμός του προσδιοριζόμενου συστατικού από το στερεό μείγμα είναι δύσκολος, λόγω περιορισμένης διαλυτότητας, εφαρμόζεται η μέθοδος της **συνεχούς εκχύλισης κατά Soxhlet**.



Εκχύλιση υγρών

- ✓ Κλασσική διαδικασία κατεργασίας βιολογικών δειγμάτων (αίμα, πλάσμα, ορός, ούρα κτλ) τα οποία αποτελούν το υδατικό «διάλυμα»
- ✓ Υγρό-υγρό εκχύλιση (Liquid-Liquid Extraction, LLE)



- ✓ Ο οργανικός διαλύτης που **δεν αναμειγνύεται με το νερό**, πλην των χλωριωμένων (χλωροφόρμιο, διχλωρομεθάνιο), συνιστά την **άνω** στοιβάδα

- ✓ Η κατανομή μεταξύ της υδατικής και της οργανικής στοιβάδας διέπεται από το **συντελεστή Κατανομής K**.

$$K = C_{\text{οργ}}/C_{\text{υδατ}}$$

- ✓ Μεγαλύτερη παραλαβή συστατικού όσο μεγαλύτερη είναι η τιμή K
- ✓ Με επαναλαμβανόμενες εκχυλίσεις μπορώ να αυξήσω τη συνολική ποσότητα του συστατικού που θέλω να προσδιορίσω (αναλύτης)
- ✓ Με μεγαλύτερο όγκο οργανικού διαλύτη μπορώ να αυξήσω την ποσότητα που παραλαμβάνω



1. Προσδιορισμός αλάτων οργανικών βάσεων:

- ✓ Το άλας των οργανικών βάσεων παρουσιάζει μεγαλύτερη διαλυτότητα στο νερό και είναι δυσδιάλυτο στους οργανικούς διαλύτες που δεν αναμειγνύονται με το νερό (εξάνιο, αιθέρας, βενζόλιο, χλωροφόρμιο κτλ) στους οποίους παρουσιάζει πολύ τιμές K.
- ✓ Το αντίθετο ισχύει για την οργανική βάση (μεγάλη τιμή K)

ΒΗΜΑΤΑ για σταθμικό προσδιορισμό:

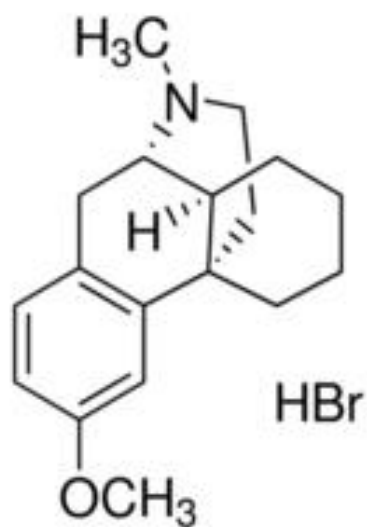
1. Διάλυση του άλατος σε νερό
2. Ελευθέρωση της οργανικής βάσης με προσθήκη NaOH ή NH₃
3. Εκχύλιση οργανικής βάσης με οργανικό διαλύτη (τα υδατοδιαλυτά έκδοχα δεν εκχυλίζονται)
4. Εξάτμιση της οργανικής φάσης μέχρι ξηρού
5. Ξήρανση μέχρι ξηρού βάρους και ζύγιση

Η ΟΡΓΑΝΙΚΗ ΒΑΣΗ ΔΕΝ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΕΙΝΑΙ ΠΤΗΤΙΚΗ



Για ογκομετρήσεις, UV-Vis, HPLC δεν χρειάζεται το βήμα 5 (ίσως και το 4)

1. Προσδιορισμός αλάτων οργανικών βάσεων: (ΕΞΑΙΡΕΣΗ)



- ✓ Υδροβρωμική δεξτρομεθορφάνη
- ✓ Πολύ διαλυτή στο χλωροφόρμιο (K↑)



- ✓ Εκχυλίζεται απευθείας το άλας με χλωροφόρμιο

2. Προσδιορισμός αλάτων οργανικών οξέων:

- ✓ Το άλας των οργανικών οξέων παρουσιάζει μεγαλύτερη διαλυτότητα στο νερό και είναι δυσδιάλυτο στους οργανικούς διαλύτες που δεν αναμειγνύονται με το νερό (εξάνιο, αιθέρας, βενζόλιο, χλωροφόρμιο κτλ) στους οποίους παρουσιάζει πολύ τιμές K.
- ✓ Το αντίθετο ισχύει για το οργανικό οξύ (μεγάλη τιμή K)

ΒΗΜΑΤΑ για σταθμικό προσδιορισμό:

1. Διάλυση του άλατος σε νερό
2. Ελευθέρωση του οργανικού οξέος με προσθήκη HCl
3. Εκχύλιση οργανικού οξέος με οργανικό διαλύτη (τα υδατοδιαλυτά έκδοχα δεν εκχυλίζονται)
4. Εξάτμιση της οργανικής φάσης μέχρι ξηρού
5. Ξήρανση μέχρι ξηρού βάρους και ζύγιση

ΤΟ ΟΡΓΑΝΙΚΟ ΟΞΥ ΔΕΝ ΠΡΕΠΕΙ ΝΑ ΕΙΝΑΙ ΠΤΗΤΙΚΟ

Για ογκομετρήσεις, UV-Vis, HPLC δεν χρειάζεται το βήμα 5 (ίσως και το 4)