

# Κεφάλαιο 6<sup>ο</sup>

## ΠΟΙΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ

### Στόχοι :

*Στο τέλος αυτής της διδακτικής ενότητας θα πρέπει να είσαι σε θέση*

- να ορίζεις τι είναι η Ποιοτική Ανάλυση.
- να ορίζεις την Κλασική Ποιοτική ανάλυση και τις κατηγορίες της.
- να ορίζεις την Ενόργανη Ανάλυση.
- να αναφέρεις τις δυνατότητες της κλασικής Ποιοτικής Ανάλυσης.
- να γνωρίζεις τους τρόπους σωστής παρουσίασης των αποτελεσμάτων.

## 6.1 Τι είναι η Ποιοτική Ανάλυση

### 6.1.α. Ορισμός - αντικείμενο της Ποιοτικής Ανάλυσης

Όπως έχει τονιστεί στην εισαγωγή, Ποιοτική Ανάλυση είναι ο κλάδος της Αναλυτικής Χημείας ο οποίος ασχολείται με την ποιοτική σύσταση της ύλης.

Ο όρος ποιοτική σύσταση σημαίνει το είδος των συστατικών μιας ουσίας.

Άρα, Ποιοτική Ανάλυση είναι μια διεργασία ή ένα σύνολο διεργασιών, με τις οποίες πιστοποιείται (ανιχνεύεται) η ύπαρξη ενός ή περισσότερων συστατικών σε μια ουσία.

Για παράδειγμα, αν η προσθήκη σταγόνων ενός υγρού σε άσπρο άνυδρο  $\text{CuSO}_4$  τον χρωματίζει μπλε, αυτό πιστοποιεί την ύπαρξη νερού στο υγρό.

### 6.1.β. Είδη Ποιοτικής Ανάλυσης

Η Ποιοτική Ανάλυση, ανάλογα με τη μορφή των προσδιοριζόμενων συστατικών, διακρίνεται σε **Στοιχειακή** και **Μοριακή**.

**Στοιχειακή** είναι η ανάλυση η οποία προσδιορίζει στοιχεία ή ιόντα σ' ένα δείγμα.

**Μοριακή** είναι η ανάλυση η οποία προσδιορίζει μόρια.

Η Ποιοτική Ανάλυση ανάλογα με το περιεχόμενό της, διακρίνεται σε **Κλασική** και **Ενόργανη** ανάλυση.

Η **Κλασική Ποιοτική Ανάλυση** στηρίζεται στις χημικές αντιδράσεις των στοιχείων, ιόντων, μορίων κλπ. και ταυτίζεται συνήθως με την Ανόργανη Ποιοτική Ανάλυση.

Ο όρος ανόργανη σημαίνει ότι κατά την ανάλυση δε χρησιμοποιούνται σύνθετες ή πολύπλοκες συσκευές ή όργανα.

Είναι, βέβαια, σαφές ότι όργανα απλά, όπως ποτήρια φιάλες, δοκιμαστικοί σωλήνες, χωνιά κλπ., μπορούν να χρησιμοποιηθούν στην Ανόργανη Ανάλυση.

Η **Ενόργανη Ανάλυση** στηρίζεται στη χρήση σύγχρονων, πολύπλοκων οργάνων και συσκευών, οι οποίες μετρούν κάποια χαρακτηριστική ιδιότητα μιας ουσίας.

Από την τιμή της ιδιότητας αυτής (η οποία συνδέεται άμεσα ή έμμεσα με τη δομή της ουσίας) παίρνουμε σημαντικές πληροφορίες για τη δομή ή το περιεχόμενο της ουσίας.

#### Η Ποιοτική Ανάλυση

εισήχθη για πρώτη φορά το 1841 από τον Carl Remigius

Fresenius, ο οποίος θεωρείται ένας από τους θεμελιωτές της Αναλυτικής Χημείας.

Η διαπίστωση της ύπαρξης ενός συστατικού σε μια ουσία ονομάζεται **ανίχνευση** του συστατικού αυτού.

Σημαντικές ενόργανες μέθοδοι ανάλυσης είναι η πολaro-γραφία, φασματοσκοπία (IR, UV-Vis, MS, NMR, XRF) και άλλες.

Στο 9<sup>ο</sup> κεφάλαιο, περιγράφονται σύγχρονες αναλυτικές συσκευές της Ενόργανης Ανάλυσης, καθώς και τομείς από την ευρεία χρήση τους.

## 6.2 Δυνατότητες της Κλασικής Ποιοτικής Ανάλυσης

Η Κλασική Ποιοτική Ανάλυση είναι απλή και εύκολη.

Στηρίζεται συνήθως σε χημικές αντιδράσεις και χρησιμοποιεί απλά όργανα και συνηθισμένες απλές διατάξεις, ενώ τα χρησιμοποιούμενα αντιδραστήρια είναι σχεδόν ακίνδυνα (εκτός εξειδικευμένων περιπτώσεων).

Οι περισσότερες αναλύσεις δεν απαιτούν πολύ εξειδικευμένο προσωπικό, απλώς χρειάζεται εμπειρία και σωστή τήρηση των κανόνων ασφάλειας και υγιεινής του εργαστηρίου.

Το κόστος των κλασικών μεθόδων ανάλυσης είναι σχετικά χαμηλό.

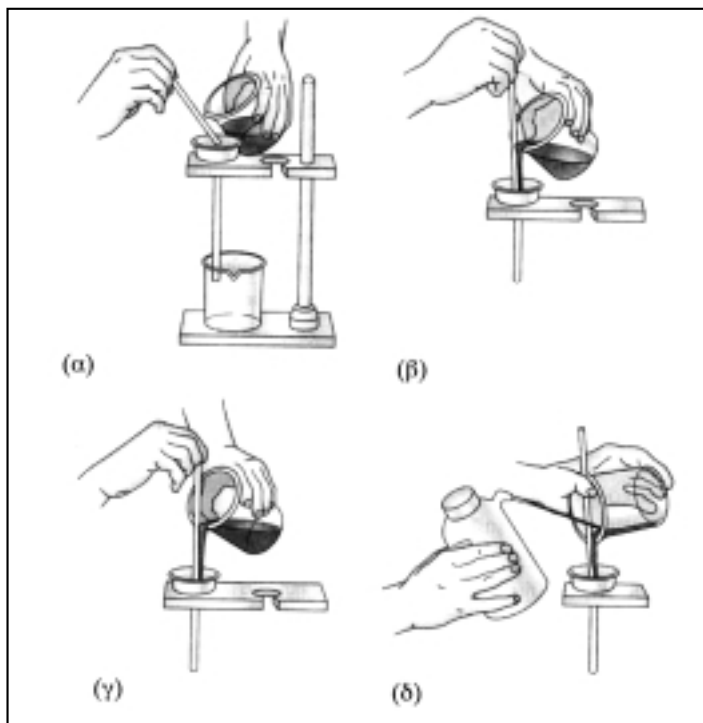
Η Κλασική Ποιοτική Ανάλυση χρησιμοποιεί εργαστηριακές τεχνικές που εφαρμόζονται σε διάφορες αντιδράσεις, όπως:

- διήθηση,
- καταβύθιση ιζήματος με προσθήκη κατάλληλου αντιδραστήριου,
- καταβύθιση ιζήματος με φυγοκέντρηση,
- θέρμανση,
- διοχέτευση αερίου σ' ένα διάλυμα κ.ά.

Η πιστοποίηση του αποτελέσματος μιας δοκιμασίας στην Κλασική Ανάλυση γίνεται αντιληπτή με:

- σχηματισμό ιζήματος σε μια αντίδραση,
- διάλυση ιζήματος,
- εμφάνιση ή αλλαγή χαρακτηριστικού χρώματος,
- έκλυση αερίου,
- χαρακτηριστική οσμή από μια σχηματιζόμενη ουσία σε μια αντίδραση.

Για παράδειγμα, η μυρωδιά καμένης τρίχας κατά την καύση μιας ουσίας σημαίνει την ύπαρξη αζώτου.

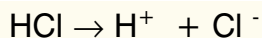


Στάδια απόχυσης - διήθησης

Η Στοιχειακή Κλασική Ποιοτική Ανάλυση χρησιμοποιεί μεθόδους όπως την **υγροχημική**, την **πυροχημική**, και τις **σταγονοδοκιμασίες**.

Η υγροχημική μέθοδος στηρίζεται σε χημικές αντιδράσεις, οι οποίες συμβαίνουν σε υδατικά διαλύματα, και προσδιορίζει ιόντα στοιχείων που υπάρχουν μέσα σ' αυτά. Δεν μπορεί όμως να προσδιορίσει πάντα την ένωση στην οποία ανήκε το ιόν.

Οι χημικές αντιδράσεις στις οποίες στηρίζεται η υγροχημική μέθοδος είναι **ιοντικές αντιδράσεις**, επειδή συμβαίνουν μεταξύ των ιόντων του διαλύματος και των ιόντων που προκύπτουν από τη διάσπαση των προστιθέμενων αντιδραστηρίων. Αν, για παράδειγμα, σ' ένα διάλυμα προστεθεί HCl, αυτό κατά τη διάλυσή του διασπάται σε ιόντα (ιοντίζεται) σύμφωνα με την αντίδραση:



Η **πυροχημική** μέθοδος στηρίζεται στο διαφορετικό χρωματισμό της φλόγας του λύχνου, ανάλογα με τα στοιχεία που περιέχονται σ' ένα δείγμα. Για παράδειγμα, ο χαλκός δίνει

**Μερικοί πυροχημικοί χρωματισμοί στον λύχνο Bunsen**

Στοιχείο	χρώμα
Na	Κίτρινο
K	Βιολετί
Li	Κόκκινο
Ca	Κιτρινοκόκκινο
Sr	Πορφυρό
Ba	Κιτρινοπράσινο
Cu	Πρασινοκυανό
Pb, As, Bi	Μπλέ

στη φλόγα χαρακτηριστικό πρασινοκυανό χρώμα, το στρόντιο κόκκινο κλπ.

Η **σταγονοδοκιμασία** στηρίζεται στη χαρακτηριστική αντίδραση μιας σταγόνας δείγματος με καθορισμένο και εξειδικευμένο αντιδραστήριο.

Η Κλασική Ποιοτική Ανάλυση δε σταματάει στον προσδιορισμό στοιχείων ή ιόντων αλλά μπορεί να προσδιορίσει με ακρίβεια μεγάλα οργανικά μόρια, όπως πολυμερή, τρόφιμα βιολογικά μόρια κ.ά.

Στην περίπτωση όμως των οργανικών μορίων απαιτούνται εξειδικευμένα αντιδραστήρια, τα οποία είναι ακριβά και ανεβάζουν έτσι το κόστος της ανάλυσης.

Επίσης, ορισμένα δείγματα δε διαθέτουν ποσότητα για καταστροφή, όπως, για παράδειγμα, ένα έργο τέχνης, οπότε η διατιθέμενη για ανάλυση ποσότητα είναι εξαιρετικά μικρή και η ανάλυση δύσκολη, χρονοβόρα και μεγάλου κόστους.

Σήμερα η Ενόργανη Ανάλυση αποτελεί τη σύγχρονη μέθοδο ποιοτικής και ποσοτικής ανίχνευσης, προσφέρει εγγύηση, ακρίβεια, ευαισθησία και ταχύτητα ανάλυσης. Γι' αυτό και προτιμάται έναντι της Ανόργανης Ανάλυσης, χωρίς αυτό να σημαίνει ότι η Ανόργανη Ανάλυση δε διατηρεί το πεδίο χρήσης της.

Είναι βέβαια σαφές ότι η Ενόργανη Ανάλυση απαιτεί σύγχρονο και ακριβό εξοπλισμό, καθώς και εξειδικευμένο προσωπικό, τα οποία ανεβάζουν το κόστος της σε σχέση με την Κλασική.

### 6.3 Παρουσίαση αποτελεσμάτων

Το τελευταίο στάδιο μιας ανάλυσης είναι η παρουσίαση των αποτελεσμάτων. Βασικός στόχος του σταδίου αυτού είναι να παρουσιαστούν με τη μεγαλύτερη δυνατή ακρίβεια και αξιοπιστία τα αποτελέσματα της ανάλυσης.

Για την επίτευξη αυτού του στόχου, μεγάλη βοήθεια προσφέρει η τήρηση από τον αναλυτή ενός ημερολογίου, στο οποίο καταγράφεται κάθε βήμα, παρατήρηση, αποτέλεσμα, η ακόμα και σκέψη που αφορούν την πορεία της ανάλυσης.

Η τάξη και η μεθοδικότητα ενός αναλυτή κατά τη διάρκεια μιας χημικής ανάλυσης αποτυπώνεται στο ημερολόγιό του.

Η σωστή και λεπτομερής καταγραφή του ημερολογίου εξασφαλίζει μια σειρά πλεονεκτημάτων, όπως:

- **Μείωση της πιθανότητας λάθους** από καθυστερημένη καταγραφή ή από μη καταγραφή αποτελέσματος λόγω

αμέλειας.

- **Μείωση του κινδύνου απώλειας** ενός αποτελέσματος ή των τιμών μιας ενδιάμεσης μέτρησης.
- **Διασταύρωση αποτελεσμάτων** κατά τη διάρκεια των υπολογισμών και ανακάλυψη πιθανών λαθών. Αν κατά το στάδιο των υπολογισμών ενός αναλυτικού προβλήματος δε συμφωνεί κάποιο ή κάποια αποτελέσματα με τα αναμενόμενα, ο αναλυτής τρέχει στο ημερολόγιο και διασταυρώνει τις τιμές του αποτελέσματος. Αν ανακαλύψει λάθος, τότε προβαίνει στη διόρθωσή του ή, αν δε διορθώνεται, κατ' ανάγκη επαναλαμβάνει το λανθασμένο στάδιο της ανάλυσης.
- **Τεκμηρίωση σε νομικά θέματα.** Το ημερολόγιο αποτελεί από νομική πλευρά σαφή απόδειξη στοιχείων, γι' αυτό θα πρέπει να φέρει τα στοιχεία και την υπογραφή του αναλυτή σε κάθε ημερομηνία.

Αυτό αποτελεί στοιχείο κυριότητας, ιδιαίτερα σε περιπτώσεις ανακαλύψεων, για την προστασία του δικαιώματος της πνευματικής ιδιοκτησίας.

Το ημερολόγιο πρέπει να είναι καλογραμμένο, να διαβάζεται εύκολα, να είναι πλήρες και να αποτελεί πραγματική έκθεση για την πορεία της ανάλυσης.

Δεν πρέπει να σβήνονται λάθη, παρά μόνο να διαγράφονται με το στυλό.

Ποτέ δεν καταστρέφεται σελίδα του ημερολογίου, ούτε προστίθενται πρόχειρα φύλλα.

Οι οποιεσδήποτε παρατηρήσεις σημειώνονται πάνω στις υπάρχουσες σελίδες του ημερολογίου και στα ειδικά σημεία που υπάρχουν γι' αυτές.

**Ένα ημερολόγιο, στη σωστή του μορφή, θα πρέπει να περιέχει:**

1. Αρίθμηση όλων των σελίδων.
2. Ημερομηνία και ώρα έναρξης της ανάλυσης.
3. Στοιχεία δείγματος (είδος, φυσική κατάσταση, προέλευση, ημερομηνία και τρόπος δειγματοληψίας, κωδικός δείγματος).
4. Τίτλο της ανάλυσης (επιλεγμένη αναλυτική μέθοδος).
5. Κύριο θέμα και δευτερεύοντα θέματα με τα οποία θα ασχοληθεί η ανάλυση.
6. Σκοπό της ανάλυσης.
7. Περιγραφή των συνθηκών της ανάλυσης.
8. Πιθανά ενδιάμεσα στάδια.
9. Σχηματικές παραστάσεις πορείας με όργανα και συσκευές.
10. Παρατηρούμενες μεταβολές χρωμάτων, ιζημάτων, αερίων κλπ.
11. Νόμους - τύπους - εξισώσεις για τους υπολογισμούς.
12. Αποτελέσματα.
13. Ημερομηνία και ώρα αποπεράτωσης της ανάλυσης.
14. Καταγραφή φακέλων αρχείου ή δισκετών ή CD κλπ. στα οποία αποθηκεύονται τα αποτελέσματα.
15. Συμπεράσματα.
16. Στοιχεία και υπογραφή του αναλυτή.

Μετά το πέρας της Ποιοτικής Ανάλυσης, ακολουθεί η Ποσοτική. Έτσι η τελική παρουσίαση των αποτελεσμάτων περιλαμβάνει συνδυασμό των σταδίων της ποιοτικής ανίχνευσης καθώς και των σταδίων της ποσοτικής.

Παρακάτω δίνεται ως παράδειγμα σελίδα ημερολογίου που πρέπει να τηρηθεί για την υγρή χρωματογραφία υψηλής πίεσης.

ΗΜΕΡΟΛΟΓΙΟ High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΙΑ ΔΕΔΟΜΕΝΩΝ HPLC

Ονοματεπώνυμο αναλυτή: .....

Ημερομηνία εκτέλεσης του πειράματος:

Real time		PC time	
Date	Time	Date	Time
Τοποθέτηση διαλύτη (solvent)	Τοποθέτηση δείγματος (Sample)	Τοποθέτηση διαλύτη (Solvent)	Τοποθέτηση δείγματος (Sample)

Flow rate: .....

Δείγμα : .....  
(Sample)

Διαλύτης: .....  
(Solvent)

Απορρόφηση:

Χρόνος ανάσχεσης (min)	Απορρόφηση (AU)	Μήκος κύματος (nm)

Συμπεράσματα – Παρατηρήσεις: .....

.....  
.....  
.....  
.....  
.....  
.....  
.....

Ημερομηνία και ώρα περάτωσης .....  
Ο αναλυτής : .....  
(υπογραφή)



**Με δύο λόγια.....**

❑ Ποιοτική Ανάλυση είναι μια διεργασία ή ένα σύνολο διεργασιών, με την οποία πιστοποιείται (ανιχνεύεται) η ύπαρξη ενός ή περισσότερων συστατικών σε μια ουσία.

❑ Είδη Ποιοτικής Ανάλυσης:

➢ Κλασική Ποιοτική Ανάλυση

Στηρίζεται στις χημικές αντιδράσεις των χημικών ουσιών.

➢ Ενόργανη Ποιοτική Ανάλυση

Στηρίζεται στη μέτρηση μιας χαρακτηριστικής ιδιότητας ενός συστατικού με τη χρήση σύγχρονων οργάνων.

❑ Δυνατότητες Κλασικής Ποιοτικής Ανάλυσης

Είναι απλή, φτηνή και εύκολη μέθοδος και δεν απαιτεί εξειδικευμένο προσωπικό ούτε ακριβά όργανα και σκεύη. Χρησιμοποιείται στον προσδιορισμό στοιχείων ή ιόντων, καθώς και απλών μορίων. Σπανιότερα μπορεί να χρησιμοποιηθεί και στον προσδιορισμό πολύπλοκων οργανικών μορίων, μόνο που τότε απαιτεί πολύπλοκες και ακριβές συσκευές.

Συνήθως χρησιμοποιεί μεθόδους όπως:

- Υγροχημική
- Πυροχημική
- Σταγονοδοκιμασίες

❑ Δυνατότητες Ενόργανης Ποιοτικής Ανάλυσης

Προσφέρει:

- εγγύηση
- ακρίβεια
- ευαισθησία
- ταχύτητα ανάλυσης

Απαιτεί:

- σύγχρονο και ακριβό εξοπλισμό
- εξειδικευμένο προσωπικό

❑ Το τελευταίο στάδιο μιας ανάλυσης είναι η παρουσίαση των αποτελεσμάτων. Βασικός στόχος του σταδίου αυτού είναι να παρουσιαστούν με τη μεγαλύτερη δυνατή ακρίβεια και αξιοπιστία τα αποτελέσματα της ανάλυσης.

Για την επίτευξη αυτού του στόχου, μεγάλη βοήθεια προσφέρει η τήρηση από τον αναλυτή ενός ημερολογίου, στο οποίο καταγράφεται κάθε βήμα, παρατήρηση, αποτέλεσμα, η ακόμα και σκέψη που αφορούν την πορεία της ανάλυσης.

**ΕΛΕΓΧΕΤΕ** τις γνώσεις σας .....

1. Απαντήστε στις παρακάτω ερωτήσεις:
  - α. Τι είναι η Ποιοτική Ανάλυση; Ποιες κατηγορίες της γνωρίζετε;
  - β. Πώς πιστοποιείται το αποτέλεσμα μιας δοκιμασίας στην Κλασική Ποιοτική Ανάλυση;
  - γ. Ποια είναι κατά τη γνώμη σας τα πλεονεκτήματα της σωστής και λεπτομερούς τήρησης του ημερολογίου;
  
2. Συμπληρώστε τα κενά ώστε να προκύπτουν σωστές προτάσεις:
  - α. Η Ενόργανη Ανάλυση στηρίζεται στη χρήση ..... και ..... οργάνων, τα οποία μετρούν κάποια ..... μιας ουσίας.
  - β. Η υγροχημική μέθοδος στηρίζεται σε ..... , οι οποίες συμβαίνουν σε υδατικά διαλύματα και προσδιορίζει ..... στοιχείων που υπάρχουν μέσα σ' αυτά.
  - γ. Η πυροχημική μέθοδος στηρίζεται στο ..... της φλόγας του λύχνου, ανάλογα με τα ..... που περιέχονται σ' ένα δείγμα.