

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

ΦΥΛΛΟ ΗΜΕΡΟΛΟΓΙΟΥ ΣΤΑΘΜΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Άσκηση Σταθμικός προσδιορισμός

Ονοματεπώνυμο Ημερομηνία έναρξης

Τμήμα..... Ημερομηνία λήξης

Αρ. θέσης ή ομάδα Δείγμα

Μάζα φιαλιδίου + δείγματοςg Αρχικό διάλυμα.....mL

Μάζα φιαλιδίουg Αραίωση.....

Μάζα δείγματοςg Όγκος δείγματος mL

Μάζα χωνευτηρίου κενού g (μετά την πύρωση και ψύξη)

Μάζα χωνευτηρίου + ιζήματος g (μετά την πύρωση και ψύξη)

Μάζα καθαρή στερ. υπολ/τος g

ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ:

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Αποτέλεσμα:

Παρατηρήσεις:

.....

.....

.....

Σταθμικός προσδιορισμός σιδήρου

Εργαστηριακή Άσκηση 1η

Σκοπός

Να εξοικειωθείτε με την τεχνική της μεθόδου και να αναπτύξετε τις απαραίτητες δεξιότητες για τον ακριβή προσδιορισμό των κατιόντων σιδήρου.

Βασικές γνώσεις

Η επιλογή της σταθμικής μεθόδου ανάλυσης για τον προσδιορισμό του σιδήρου έχει ενδιαφέρον κυρίως για την ανάλυση ορυκτών. Σε άλλες περιπτώσεις συνηθίζεται ο προσδιορισμός να γίνεται με ταχύτερες μεθόδους, όπως είναι οι ογκομετρικές και ενόργανες μέθοδοι ανάλυσης.

Τα κυριότερα ορυκτά του σιδήρου που απαντούν στη φύση είναι: ο αιματίτης Fe_2O_3 , ο λειμονίτης $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, ο μαγνητίτης Fe_3O_4 , ο σιδηροπυρίτης FeS_2 και ο σιδηρίτης FeCO_3 .

Τα ορυκτά του σιδήρου είναι διαλυτά σε υδροχλωρικό οξύ και συντήκονται με πυροθειικά αλκάλια.

Αρχή της μεθόδου

Ο σίδηρος (Fe^{3+}) καταβυθίζεται ως $\text{Fe}(\text{OH})_3$ με την προσθήκη στο διάλυμα του αμμωνίας σε θερμό περιβάλλον. Το ίζημα διηθείται, εκπλύνεται, ξηραίνεται, πυρώνεται και ζυγίζεται ως Fe_2O_3 .

Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

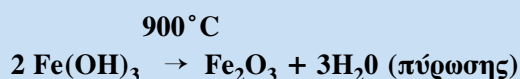
1. Διάλυμα πυκνού HNO_3 1:1
2. Διάλυμα NH_3 1:1
3. Διάλυμα NH_4NO_3 1 %
4. Διάλυμα AgNO_3 0,1 %
5. ποτήρι ζέσης των 250 mL
6. κωνική φιάλη των 250 mL
7. χωνί ταχείας διήθησης
8. χωνευτήριο πορσελάνης

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

Πορεία ανάλυσης

1. Μεταφέρουμε, με σιφώνιο των 25 mL, 25 mL από το άγνωστο σε περιεκτικότητα διάλυμα σιδήρου σε ποτήρι ζέσης των 250 mL και αραιώνουμε με απιονισμένο νερό μέχρι όγκου 50 mL.
2. Προσθέτουμε 10 mL αραιού HCl 1:1 και καλύπτουμε το ποτήρι με ύαλο ωρολογίου.
3. Φέρνουμε το διάλυμα σε βρασμό (90 °C), προσθέτουμε 1 – 2 σταγόνες HNO₃ 1:1 και θερμαίνουμε μέχρις ότου το διάλυμα αποκτήσει ανοιχτό κίτρινο χρώμα.
4. Αραιώνουμε το διάλυμα μέχρι όγκου 200 mL και θερμαίνουμε το διάλυμα σχεδόν μέχρι βρασμού (90 °C)
5. Προσθέτουμε με συνεχή ανάδευση διάλυμα NH₃ 1:1 μέχρι αλκαλικού περιβάλλοντος, που ελέγχουμε με πεχαμετρικό χαρτί.
6. Αφήνουμε το διάλυμα σε ηρεμία για λίγα λεπτά, ώστε οι σχηματιζόμενες καστανές νιφάδες του Fe(OH)₃ καταπέσουν ως ίζημα. Ακολούθως διηθηθούμε με μαλακό ηθμό αφού προηγουμένως έχουμε αποχύσει το υπερκείμενο διαυγές υγρό.
7. Το ίζημα εκπλύνεται στο ποτήρι με 25 mL διαυγές NH₄NO₃ 1 %. Μεταφέρεται ο όγκος σταδιακά στον ηθμό και συνεχίζουμε τις εκπλύσεις μέχρις ότου σταγόνες του διηθήματος δεν παρέχουν λευκό ίζημα με προσθήκη σταγόνων διαλύματος AgNO₃ 0,1 %.
8. Ξηραίνουμε τον ηθμό μαζί με το ίζημα στο πυριατήριο, ακολούθως ο ηθμός τοποθετείται σε προπυρωμένο και προξυγισμένο χωνευτήριο, καίγεται χωρίς ανάφλεξη και τέλος πυρώνεται στους 900 °C.
9. Μετά από παραμονή 20 min στο φούρνο και στους 900 °C το χωνευτήριο μεταφέρεται θερμό αλλά όχι ερυθροπυρωμένο στον ξηραντήρα όπου αφήνεται για ψύξη επί 30 min.
10. Ζυγίζεται μέχρι σταθερού βάρους και από το καθαρό βάρος του Fe₂O₃ υπολογίζεται η ποσότητα του σιδήρου στο ίζημα και από αυτή η επί % περιεκτικότητά του στο διάλυμα.

Αντιδράσεις



Σταθμική Ανάλυση

Υπολογισμός

Έστω ότι τα 25 mL του διαλύματος (από το δείγμα) έδωσαν ίζημα που μετά την πύρωση είχε καθαρό βάρος σε Fe_2O_3 : 0,1357g

Δηλαδή: $1 \text{ mol Fe}_2\text{O}_3 = 159,7 \text{ g}$ περιέχει $2 \times 55,85 \text{ g Fe}$
1g X ;

$$X = 2 \cdot 55,85 / 159,7 = 0,6994 \text{ g Fe}$$

Ο συντελεστής μετατροπής $\Sigma = \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{2 \times 55,85}{159,7} = 0,6994$

Έτσι τα 25 mL διαλύματος περιέχουν $(0,1357 \times 0,6994) \text{ g Fe}$
τα 100 x ; / x = 0,38 % w/v.

Παρατηρήσεις

1. Η διαλυτότητα του $\text{Fe}(\text{OH})_3$ είναι ασύγκριτα μικρότερη της διαλυτότητας του $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Για το λόγο αυτό τα τυχόν υπάρχοντα κατιόντα Fe^{2+} οξειδώνονται με HNO_3 προς ιόντα Fe^{3+} οπότε η καταβύθιση είναι ποσοτική.
2. Η καταβύθιση των ιόντων Fe^{3+} γίνεται στους 90°C παρουσία περίσσειας NH_3 και για την αποφυγή σχηματισμού γλοιώδους ιζήματος (διηθείται δύσκολα) αμέσως μετά την καταβύθιση η θέρμανση διακόπτεται.
3. Τα κατιόντα Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} κ.λπ. μολύνουν τον $\text{Fe}(\text{OH})_3$ λόγω σχηματισμού δυσδιάλυτων ενώσεων με την παρουσία υδροξυλίωντων (OH^-).
Τα PO_4^{3-} και SiO_3^{2-} θα πρέπει να απουσιάζουν από το διάλυμα γιατί σχηματίζουν σε ασθενές αλκαλικό περιβάλλον δυσδιάλυτες ενώσεις.
Τα οξυοξέα (κιτρικό, τρυγικό κ.λπ.) όπως και τα σάκχαρα δεν πρέπει να υπάρχουν στο διάλυμα γιατί σχηματίζουν ευδιάλυτα σύμπλοκα άλατα με το σίδηρο.

Σταθμικός προσδιορισμός αργιλίου

Εργαστηριακή Άσκηση 2η

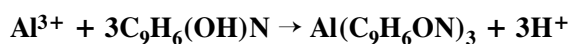
Σκοπός

Να είσθε σε θέση:

- να αναφέρετε τις βασικές γνώσεις που απαιτούνται για το σταθμικό προσδιορισμό του αργιλίου
- να αναπτύξετε τις απαραίτητες εργαστηριακές δεξιότητες για την πραγματοποίησή του.

Βασικές γνώσεις

Το αργίλιο απαντά κυρίως στα διάφορα ορυκτά του ή κράματα. Η άργιλος (πυριτικά άλατα του αργιλίου), ο βωξίτης ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), ο κρυόλιθος ($\text{AlF}_3 \cdot 3\text{NaF}$) είναι μερικά από τα σπουδαιότερα ορυκτά του. Τα κατιόντα του αργιλίου καταβυθίζονται ποσοτικά ως σύμπλοκο άλας με την προσθήκη στα διαλύματά του της 8-υδροξυκινολίνης, $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{OH})_3$, παρουσία ρυθμιστικού διαλύματος οξικού οξέος - οξικού αμμωνίου ($\text{CH}_3\text{COOH} - \text{CH}_3\text{COONH}_4$) προκειμένου να δεσμεύονται τα παραγόμενα ιόντα H^+ σύμφωνα με την αντίδραση:



Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. πυκνό υδροχλωρικό οξύ
2. Διάλυμα οξικού αμμωνίου 2M
3. Διάλυμα 8-υδροξυκινολίνης 5% σε οξικό οξύ 2M
4. ποτήρι ζέσης των 250 mL
5. κωνική φιάλη των 250 mL
6. σιφώνιο των 25 mL
7. χωνευτήριο Gooch

Πορεία ανάλυσης

1. Μεταφέρουμε 25 mL του εξεταζόμενου διαλύματος σε ποτήρι ζέσης και αραιώνουμε μέχρι όγκου 100 mL.

Σταθμική Ανάλυση

2. Θερμαίνουμε το διάλυμα στους 80 °C και οξινίζουμε ελαφρά με 1-2 σταγόνες HCl.
3. Προσθέτουμε διάλυμα 8-υδροξυκινολίνης έως ότου σχηματιστεί ίζημα και μικρή περίσσεια ακόμη (συνήθως η περίσσεια είναι το 10-15% της ποσότητας που προστέθηκε).
4. Ακολουθώντας προσθέτουμε σταγόνες και με ανάδευση διάλυμα οξικού αμμωνίου μέχρις ότου καταβυθιστεί ποσοτικά το σχηματιζόμενο ίζημα (όταν το υπερκείμενο υγρό καταστεί κίτρινο).
5. Αφήνουμε το ίζημα να καταπέσει και διηθούμε από ηθμό Gooch.
6. Εκπλύνουμε με ψυχρό νερό, ξηραίνουμε στους 120° –130 °C και ζυγίζουμε μέχρι σταθερού βάρους.
7. Από το βάρος του 8-υδροξυκινολινικού αργιλίου ($\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$) υπολογίζεται η ποσότητα του Al στο ίζημα και κατόπιν στο αρχικό διάλυμα.

Ο συντελεστής μετατροπής του $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$ σε Al_2O_3 είναι:

$$\Sigma = \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{2\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3} = 0,1111$$

και σε Al:

$$\Sigma = \frac{\text{Al}}{\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3} = 0,0588$$

Υπολογισμοί

Έστω ότι ζυγίστηκαν 0,3240 g ιζήματος, τότε :

Τα 25 mL αρχικού διαλύματος έδωσαν 0,3240 g ιζήματος $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$
100 mL x ;

$$x = \frac{0,3240 \times 100}{25} = 1,296 \text{ g}$$

Al_2O_3 : $1,296 \times 0,1111 = 0,144 \text{ \% w/v}$ και Al: $1,296 \times 0,0588 = 0,076 \text{ \% w/v}$

Παρατηρήσεις

1. Το ίζημα είναι κρυσταλλικό και ως εκ τούτου δεν προσροφά ξένα ιόντα, ενώ διηθείται και εκπλύνεται εύκολα.

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

2. Η μέθοδος πλεονεκτεί έναντι άλλων γιατί έχει μεγάλη ακρίβεια, κυρίως όταν προσδιορίζεται μικρή ποσότητα αργιλίου.
3. Τα Al^{3+} δεν μπορεί να καταβυθιστούν ποσοτικά με διαλύματα ισχυρών βάσεων (NaOH , KOH) γιατί σε ισχυρό αλκαλικό περιβάλλον σχηματίζονται ευδιάλυτες αργιλικές ενώσεις.
4. Μπορεί όμως να καταβυθιστούν με διάλυμα NH_4OH παρουσία NH_4Cl και δείκτη ερυθρό του μεθυλίου μέχρι μεταβολής του χρώματος από κόκκινο σε κίτρινο ($\text{pH}=6,3$).
5. Η περιεκτικότητα του Al στο υπό εξέταση διάλυμα δε θα πρέπει να υπερβαίνει τα 50 mg % w/v

Σταθμικός προσδιορισμός νικελίου

Εργαστηριακή Άσκηση 3η

Σκοπός

Να επιτύχετε τον αποχωρισμό του νικελίου από άλλες συνυπάρχουσες ουσίες ή ιόντα και να ασκηθείτε στην τεχνική της μεθόδου.

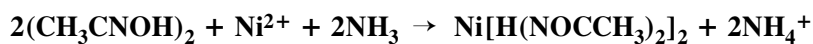
Βασικές γνώσεις

Τα σπουδαιότερα ορυκτά του νικελίου είναι ο νικελίνης (NiAs), ο μιλ-λερίτης (NiS), ο γαρνιερίτης (ένυδρα πυριτικά άλατα του νικελίου και του μαγνησίου) κ.λπ.

Ο προσδιορισμός του νικελίου βασίζεται στην καταβύθισή του με αλκοολικό διάλυμα διμεθυλογλυοξίμης.

Η αντίδραση αυτή, που παρέχει ογκώδες ίζημα κόκκινου χρώματος, είναι χαρακτηριστική του Ni και πάρα πολύ ευαίσθητη. Η καταβύθισή του για να είναι τέλεια πρέπει να γίνεται σε ελαφρά αλκαλικό περιβάλλον.

Αντίδραση καταβύθισης:



Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. Διάλυμα διμεθυλογλυοξίμης 1 % σε αλκοόλη
2. Διάλυμα NH_3 αραιό 1:4
3. Ηθμός Gooch No 3
4. Τρυγικό οξύ
5. HCl 1:1

Πορεία ανάλυσης

1. Σε 25 mL δοθέντος διαλύματος προσθέτουμε 5 mL HCl 1:1 και αραιώνουμε στα 200 mL με αποσταγμένο νερό.
2. Θερμαίνουμε στους 80 °C και προσθέτουμε ελαφρά περίσσεια διαλύματος διμεθυλογλυοξίμης.

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

3. Προσθέτουμε στάγδην και με ανάδευση διάλυμα NH_3 1:4 μέχρι σχηματισμού ροδοκόκκινου ιζήματος (ελαφρά περίσσεια αμμωνίας).
4. Διατηρούμε επί 15 min το διάλυμα στη θερμοκρασία των 80°C .
5. Αφήνεται το ίζημα να συσσωματωθεί και διηθούμε, μετά από ψύξη, σε προζυγισμένο χωνί Gooch.
6. Θερμαίνουμε στους 110°C και ζυγίζουμε.
7. Υπολογίζουμε την % w/v περιεκτικότητα του Ni στο διάλυμα (συντελεστής μετατροπής νικελο-διμεθυλο-γλυοξίμης σε Ni = 0,2032).

Υπολογισμοί

Έστω ότι ζυγίστηκαν 0,2587 g ιζήματος, τότε:

Τα 25 mL αρχικού διαλύματος έδωσαν 0,2587 g ιζήματος
100 mL x ;

$$x = \frac{0,2587 \times 100}{25} = 1,0348 \text{ g}$$

Το περιεχόμενο Ni θα είναι : $1,0348 \times 0,2032 = 0,2103 \text{ \% w/v}$

Παρατηρήσεις

1. Ο σταθμικός προσδιορισμός του νικελίου είναι ιδιαίτερα σημαντικός και αποτελεί τη μόνη εκλεκτική ακριβή μέθοδο για τον προσδιορισμό του σε άλατα, ορυκτά και κράματά του.
2. Η περίσσεια της NH_3 κατά την καταβύθιση, πρέπει να αποφεύγεται, γιατί υπάρχει κίνδυνος συγκαταβύθισης της περιόσεως της διμεθυλογλυοξίμης που είναι αδιάλυτη στην αμμωνία.
3. Ο όγκος της διμεθυλογλυοξίμης που προστίθεται δεν πρέπει να υπερβαίνει το $\frac{1}{2}$ του όγκου του εξεταζόμενου διαλύματος.
4. Η περιεκτικότητα του Ni στο υπό εξέταση διάλυμα να μην υπερβαίνει τα 30 mg % w/v
5. Προς αποφυγή μόλυνσης του ιζήματος από Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} κ.λπ. προσθέτουμε στο υπό καταβύθιση διάλυμα ποσότητα τρυγικού οξέος, το οποίο σχηματίζει με τα παραπάνω κατιόντα ευδιάλυτες ενώσεις.
6. Τα Ni^{2+} καταβυθίζονται από διαλύματα ελαφρώς όξινα ($\text{pH} \approx 5$) έως λίγο αλκαλικά.
7. Η διμεθυλογλυοξίμη σε ουδέτερο ή ελαφρά αλκαλικό περιβάλλον δρα ως μονοβασικό οξύ και δύο μόριά της σχηματίζουν χηλικό σύμπλοκο με ένα άτομο νικελίου.

Σταθμικός προσδιορισμός ασβεστίου

Εργαστηριακή Άσκηση 4η

Σκοπός

Να εξοικειωθείτε με την τεχνική σταθμικού προσδιορισμού του ασβεστίου και να αναπτύξετε τις σχετικές εργαστηριακές σας δεξιότητες.

Επιπλέον να αναπτύξετε την ικανότητά σας να εφαρμόζετε στην πράξη τις θεωρητικές σας γνώσεις.

Βασικές γνώσεις

Το ασβέστιο απαντά στη φύση με τη μορφή του CaCO_3 (κυρίως ασβεστόλιθος, ασβεστίτης, μάρμαρο), δολομίτη ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$) και με τη μορφή CaSO_4 (γύψος $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ κ.λπ.).

Εκτός από τα ορυκτά - πετρώματα, το Ca περιέχεται μαζί με το Mg στο νερό με τη μορφή ευδιάλυτων αλάτων. Η ύπαρξη αυτών των κατιόντων δίνει στο νερό τη σκληρότητά του. Ο προσδιορισμός βασίζεται στην καταβύθιση των Ca^{2+} με διάλυμα οξαλικού οξέος ή οξαλικού αμμωνίου σε όξινο περιβάλλον και με προοδευτικό περιορισμό της συγκέντρωσης των H^+ με προσθήκη NH_4OH ($\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$).

Η καθίζηση του $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ θα ολοκληρώνεται σε ουδέτερο ή αλκαλικό περιβάλλον.

Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

1. Διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 4%
2. Δείκτης ερυθρού του μεθυλίου
3. Διάλυμα NH_3 1:1
4. Διάλυμα HCl 1:1
5. Διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 1 %

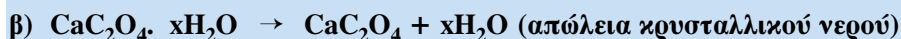
Βασικές γνώσεις

Οι αντιδράσεις που πραγματοποιούνται είναι:



Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

230 °C



450 °C



1000 °C



και διαφορετικά

1000 °C



Πορεία ανάλυσης

- 25 mL διαλύματος φέρονται σε ποτήρι ζέσης των 250 mL και οξινίζουμε το διάλυμα με HCl 1:1.
- Αραιώνουμε μέχρι 150 - 200 mL και προσθέτουμε 3-4 σταγόνες ερυθρού του μεθυλίου.
- Θερμαίνουμε μέχρι βρασμού.
- Προσθέτουμε στάγδην και με ανάδευση διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 4 %. Αν σχηματιστεί ίζημα επαναδιαλύεται με λίγες σταγόνες HCl 1:1.
- Προσθέτουμε στο θερμό διάλυμα (80° – 90 °C) σταγόνες NH_3 1:1 με συνεχή ανάδευση, μέχρι να γίνει ουδέτερη ή ελαφρά αλκαλική αντίδραση (μεταβολή του χρώματος του δείκτη από κόκκινο σε κίτρινο).
- Αφήνουμε το διάλυμα σε ηρεμία για πέψη μέχρι 1 h.
- Διηθούμε με σκληρό ηθμό και εκπλένουμε με ψυχρό διάλυμα $(\text{COONH}_4)_2$ 1 %.
- Ξηραίνουμε, εκτεφρώνουμε και πυρώνουμε .
- Ζυγίζουμε το στερεό υπόλειμμα του CaCO_3 ή CaO ανάλογα με τη θερμοκρασία πύρωσης του ιζήματος (συντελεστής μετατροπής CaCO_3 σε $\text{Ca} = 0,4004$).

Παρατηρήσεις

- Οι υπολογισμοί γίνονται όπως και του σιδήρου – αργιλίου και η έκφραση του αποτελέσματος δίνεται επί % w/v σε Ca.
- Την καταβύθιση του Ca^{2+} παρεμποδίζουν όλα τα κατιόντα του Na^+ , K^+ .

Σταθμική Ανάλυση

3. Αν δεν χρησιμοποιήσουμε μεγάλη περίσσεια $(\text{COONH}_4)_2$ τα Mg^{2+} μολύνουν το ίζημα του ασβεστίου, γιατί το Mg^{2+} σχηματίζει ευδιάλυτα σύμπλοκα άλατα με αυτό.
4. Η αντίδραση καταβύθισης ξεκινά από όξινα διαλύματα και στη συνέχεια αυξάνεται το pH με την προσθήκη αμμωνίας για την επίτευξη χονδροκρυσταλλικού και εύκολα διηθούμενου ιζήματος.
5. Για την αποφυγή απορρόφησης της υγρασίας και του CO_2 από το CaO το χωνευτήριο καλύπτεται κατά τη διάρκεια της ψύξης στον ξηραντήρα, ο οποίος πρέπει να περιέχει ως ξηραντικό μέσο νατράσβεστο.

Σταθμικός προσδιορισμός θειϊκών (SO_4^{2-})

Εργαστηριακή Άσκηση 5η

Σκοπός

Να εξοικειωθείτε με την τεχνική σταθμικού προσδιορισμού των θειϊκών ιόντων σε διαλύματα ή ορυκτά τους και να αναπτύξετε τις σχετικές εργαστηριακές σας δεξιότητες. Επιπλέον να αναπτύξετε την ικανότητά σας να εφαρμόζετε στην πράξη τις θεωρητικές σας γνώσεις.

Βασικές γνώσεις

Ο σταθμικός προσδιορισμός των θειϊκών εφαρμόζεται στην ανάλυση ευδιάλυτων ή δυσδιάλυτων ορυκτών και γενικότερα στην ανάλυση των υδατικών διαλυμάτων των θειϊκών αλάτων.

Τα κυριότερα θειϊκά ορυκτά είναι η γύψος ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), η βαρυτίνη (BaSO_4), η χαλκάνθη ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), ο εγγλεζίτης (PbSO_4) κ.λπ.

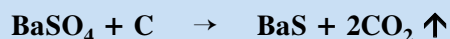
Η μέθοδος προσδιορισμού των θειϊκών ανιόντων βασίζεται στην καταβύθιση των SO_4^{2-} με διάλυμα BaCl_2 και στο σχηματισμό λευκού μικροκρυσταλλικού ιζήματος από BaSO_4 . Κατά την εκτέλεση του προσδιορισμού μπορεί να εμφανισθούν πολλά σφάλματα, αν δεν ληφθούν ορισμένα μέτρα.

Τα SO_4^{2-} καταβυθίζονται σε ελαφρά όξινο περιβάλλον, γιατί σε ουδέτερο ή αλκαλικό τα τυχόν υπάρχοντα CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ σχηματίζουν με τα Ba^{2+} ιζημα.

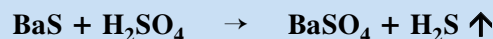
Το όξινο περιβάλλον συντελεί επίσης και στο σχηματισμό χονδροκρυσταλλικού ιζήματος, ευνοϊκού παράγοντα για τη διήθηση.

Η παρουσία επίσης των Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} κ.λπ. μολύνει το ίζημα λόγω προσρόφησής τους σε αυτό και θα πρέπει να απομακρύνονται, ενώ τα κατιόντα του Ca^{2+} , Mg^{2+} , Pb^{2+} σχηματίζουν και αυτά ίζημα οπότε θα προκληθεί συγκαταβύθιση των θειϊκών τους αλάτων. Αυτό αποφεύγεται με κατεργασία του διαλύματος με Na_2CO_3 , οπότε τα παραπάνω κατιόντα απομακρύνονται ως ιζήματα ανθρακικών αλάτων.

Κατά την πύρωση του BaSO_4 μπορεί να λάβει χώρα αναγωγή του από τον C του ηθμού:



Για να αποφύγουμε εσφαλμένους υπολογισμούς, μετά την εκτέφρωση του ηθμού οξειδώνουμε το στερεό υπόλειμμα με H_2SO_4 :



Τέλος τα NO_3^- συγκαθιζάνουν μαζί με το BaSO_4 αλλοιώνοντας το αποτέλεσμα. Αυτό αποφεύγεται αν η καταβύθιση γίνεται εν θερμώ και με βραδεία προσθήκη του BaCl_2 .



Απαραίτητα αντιδραστήρια και όργανα

- | | |
|------------------------------------|--------------------------|
| 1. Διάλυμα BaCl_2 10 % | 1. Ηθμός Whatman No 40 |
| 2. H_2SO_4 (αραιό) | 2. Χωνί ταχείας διήθησης |
| 3. HCl 1: 1 | 3. Χωνευτήριο πορσελάνης |
| 4. Ποτήρι ζέσης 400 mL | |

Πορεία ανάλυσης

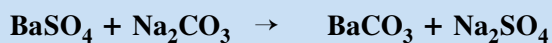
1. Σε 50 mL διαλύματος προσθέτουμε 3 mL HCl και αραιώνουμε μέχρι τα 200 mL.
2. Θερμαίνουμε μέχρι βρασμού και προσθέτουμε στάγδην και με ανάδευση θερμό διάλυμα BaCl_2 10 % ώσπου να παύσει να σχηματίζεται ίζημα.
3. Αφήνουμε το μητρικό υγρό μαζί με το ίζημα επί 12ωρο τουλάχιστον για συμπλήρωση της καθίζησης και πέψη του BaSO_4 .
4. Διηθούμε από σκληρό ηθμό, εκπλένουμε με θερμό νερό.
5. Ξηραίνουμε, εκτεφρώνουμε και πυρώνουμε στους 800°C .
6. Ζυγίζουμε, αφού προσθέσουμε στο ψυχρό χωνευτήριο 2 - 3 σταγόνες H_2SO_4 (πυκνού) και εξατμίσουμε μέχρι ξηρού επί 15 min με τη βοήθεια λύχνου.
7. Υπολογίζουμε το αποτέλεσμα σε SO_4^{2-} % w/v (συντελεστής μετατροπής BaSO_4 σε $\text{SO}_4^{2-} = 0,4113$).

Παρατηρήσεις

1. Η μέθοδος μπορεί να εφαρμοστεί αντίστροφα για τον προσδιορισμό των ιόντων Ba^{2+} ή Pb^{2+} με το σχηματισμό των αδιάλυτων θεικών αλάτων τους.
2. Μειονέκτημα της μεθόδου είναι ότι το αρχικά σχηματιζόμενο ίζημα BaSO_4 είναι μικροκρυσταλλικό και διηθείται δύσκολα οπότε πριν από τη διήθηση απαιτείται χώνευση τουλάχιστον 12 ωρών ώστε να καταστεί το ίζημα περισσότερο ογκώδες.

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

3. Στην περίπτωση που υπάρχουν κατιόντα Fe^{3+} κ.λπ. στο διάλυμα που εξετάζεται προσθέτουμε λίγη ποσότητα τρυγικού οξέος και συνεχίζουμε την πορεία κανονικά.
4. Το BaSO_4 είναι από τα πιο δυσδιάλυτα ιζήματα της Ανόργανης Χημείας. Δεν διαλύεται σε κανένα οξύ. Η διαλυτοποίησή του επιτυγχάνεται με σύντηξή του με Na_2CO_3 οπότε μετατρέπεται σε BaCO_3 και μετά διαλυτοποιείται με υδροχλωρικό οξύ:



5. Το BaSO_4 δεν διασπάται κατά την πύρωση.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Οι μέθοδοι που χρησιμοποιεί η *χημική ανάλυση* μπορούν να ταξινομηθούν σε **κλασικές και ενόργανες**. Η διάκριση, πέρα από ιστορικά κριτήρια, στηρίζεται στη *χημική αντίδραση*. Στις κλασικές αναλύσεις η χημική αντίδραση και η *στοιχειομετρία* της είναι η μόνη βάση της μεθόδου. Αντίθετα στις ενόργανες μεθόδους μετρείται μια φυσική ιδιότητα και η χημική αντίδραση είτε αποφεύγεται είτε χρησιμοποιείται έμμεσα.

Οι κλασικές μέθοδοι με τη σειρά τους διακρίνονται σε δύο μεγάλες κατηγορίες. Στις **ογκομετρικές και τις σταθμικές** μεθόδους.

Στις ογκομετρικές υπάρχει πάντα μια αντίδραση, που είναι η βάση, και εκείνο που μετρείται είναι ο όγκος ενός προτύπου διαλύματος του αντιδραστήριου ο οποίος αντιδρά πλήρως με ορισμένη ποσότητα της ουσίας που προσδιορίζεται. Η ουσία αυτή είναι επίσης σε διάλυμα. Οι αντιδράσεις που χρησιμοποιούνται αποτελούν και το κριτήριο διάκρισης των ογκομετρικών μεθόδων σε οξυμετρία - αλκαλιμετρία, καταβυθίσεις, συμπλοκομετρία και οξειδοαναγωγιμομετρία. Ένα κεντρικό σημείο στις ογκομετρικές μεθόδους είναι οι δείκτες που χρησιμοποιούνται για τον εντοπισμό του τέλους της αντίδρασης, το ισοδύναμο σημείο. Η αλλαγή χρώματος, συνήθως, του δείκτη δηλώνει το τέλος της αντίδρασης, το *τελικό σημείο*. Επιτυχία στην εκλογή του κατάλληλου δείκτη σημαίνει τάυτιση του τελικού με το ισοδύναμο σημείο.

Στις σταθμικές μεθόδους *ζυγίζεται* κατά κανόνα το ίζημα, το οποίο παράγεται από μια *αντίδραση καταβύθισης*. Το ίζημα αποχωρίζεται με *διήθηση*, ξηραίνεται για απομάκρυνση του νερού και *ζυγίζεται*. Από τον τύπο του και το *σταθμικό συντελεστή* υπολογίζεται η μάζα της αρχικής ουσίας που προσδιορίζεται. Μπορεί επίσης να γίνεται *πύρωση* ώστε το ίζημα να μετατρέπεται σε μια πιο σταθερή και γνωστού τύπου ένωση.

ΓΛΩΣΣΑΡΙ

Κλασική ανάλυση: Αναλυτική μέθοδος που στηρίζεται σε μια ή περισσότερες χημικές αντιδράσεις. Διακρίνεται σε ογκομετρική και σε σταθμική ανάλυση.

Ογκομετρία. Κλασική μέθοδος ανάλυσης κατά την οποία μετρείται ο όγκος προτύπου διαλύματος του αντιδραστήριου που αντιδρά πλήρως με ορισμένη ποσότητα της ουσίας.

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

Σταθμικές μέθοδοι. Μέθοδοι της κλασικής ανάλυσης κατά τις οποίες ζυγίζεται η μάζα ενός ιζήματος το οποίο προέκυψε από μια αντίδραση καταβύθισης.

Δείκτες. Ενώσεις των οποίων το χρώμα αλλάζει ανάλογα με την αλλαγή της σύστασης του διαλύματος. Η αλλαγή οφείλεται στην «εξαφάνιση» μιας ουσίας και εμφάνιση περισσειας, έστω μικρής, κάποιου αντιδραστηρίου.

Προχοΐδα. Βαθμολογημένος γυάλινος σωλήνας με στρόφιγγα. Μετρά με ακρίβεια (συνήθως 0,1 mL) τον όγκο του πρότυπου διαλύματος που αντέδρασε πλήρως με την ουσία που προσδιορίζεται.

Σταθμικός συντελεστής. Ένας λόγος που μετατρέπει την μάζα της ένωσης-ιζήματος που ζυγίζεται σε μάζα του ζητούμενου στοιχείου.

Ίζημα. Ένωση με ελάχιστη διαλυτότητα στο διάλυμα στο οποίο παράγεται. Παράγεται από μια αντίδραση καταβύθισης.

Καταβύθιση. Αποβολή ενός ιζήματος σε ένα διάλυμα. Είναι αποτέλεσμα της συνένωσης ιόντων και οδηγεί στη δημιουργία ένωσης με ελάχιστη διαλυτότητα.

Ηθμός. Φίλτρο από χαρτί ή γυαλί με ορισμένη διάμετρο πόρων. Χρησιμοποιείται για το διαχωρισμό ενός ιζήματος από το μητρικό διάλυμα.

Διήθηση. Η διαδικασία του διαχωρισμού του ιζήματος από το μητρικό υγρό.

Έκπλυση. «Ξέπλυμα» ενός ιζήματος πάνω στον ηθμό ώστε να απομακρυνθούν η περισσεια του αντιδραστηρίου και τυχόν προσμείξεις. Γίνεται με μικρές ποσότητες νερού ή διαλύματος αραιού ηλεκτρολύτη.

Ξήρανση. Απομάκρυνση του νερού από ένα ίζημα με θέρμανση στους 110° - 120 °C σε πυριατήριο.

Πύρωση. Θέρμανση σε υψηλή θερμοκρασία (> 500 °C) ιζήματος ώστε να μετατραπεί σε ένωση πιο σταθερή και ζυγίσιμη.

Πέψη ιζήματος. Παραμονή ιζήματος σε επαφή με το μητρικό υγρό ώστε να αποκτήσει κρυσταλλική δομή και να διηθείται ευκολότερα.

Σταθμική Ανάλυση

Αντιδραστήριο. Μια γνωστή ένωση που αντιδρά εκλεκτικά, στις συνθήκες που επικρατούν, με την ουσία που προσδιορίζεται.

Χωνευτήριο. Δοχείο από πυρίμαχο υλικό (πορσελάνη ή μέταλλο) μικρού όγκου. Χρησιμοποιείται για την πύρωση ιζήματος σε λύχνο ή φούρνο.

Πρότυπο διάλυμα. Διάλυμα αντιδραστηρίου με συγκέντρωση γνωστή με μεγάλη ακρίβεια. Παρασκευάζεται με ζύγιση ποσότητας του αντιδραστηρίου και αραίωση αυτής σε ορισμένο όγκο.

Κανονικότητα διαλύματος, N. Έκφραση συγκέντρωσης διαλύματος που σχετίζεται με τον αριθμό των φορτίων.

Σύμπλοκα. Σταθερές ενώσεις που δημιουργούνται ανάμεσα σε κατιόντα μετάλλων και ιόντα αμετάλλων ή μόρια ενώσεων.

EDTA. Τα αρχικά του αιθυλένο-διάμινο τέτρα οξικού οξέος. Δημιουργεί σύμπλοκα με τα περισσότερα κατιόντα των μετάλλων αντιδρώντας με αυτά σε αναλογία 1:1.σ

Τίτλος διαλύματος. Σε αναλύσεις σειράς ή ρουτίνας η ποσότητα σε mg της ουσίας που προσδιορίζεται και η οποία αναλογεί σε 1 mL του πρότυπου διαλύματος.

Τελικό σημείο τιτλοδότησης. Το σημείο της ογκομετρικής αντίδρασης στο οποίο αλλάζει χρώμα ο δείκτης.

Ισοδύναμο σημείο τιτλοδότησης. Το σημείο στο οποίο η ποσότητα του προτύπου αντιδραστηρίου αντιδρά πλήρως με την ποσότητα της ουσίας που προσδιορίζεται (αναλύτης).

Σταθμική ανάλυση.

ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑΤΑ ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΩΝ

1. Ένα δείγμα ορυκτού το οποίο περιέχει 32,55 % Fe_2O_3 όταν ξηραθεί παρουσιάζει μια απώλεια βάρους ίση με 1,25%. Ποια είναι η % περιεκτικότητα του ορυκτού σε Fe_2O_3 μετά την ξήρασή του (σε ξηρά βάση όπως λέγεται).

Υπολογισμοί.

Αν διατίθενται π.χ. 100 g από το αρχικό ορυκτό, προ της ξήρασης, θα περιέχει 32,55 g Fe_2O_3 και 1,25 g H_2O το οποίο αντιπροσωπεύει την απώλεια βάρους κατά την ξήραση. Άρα το ξηρό ορυκτό θα έχει βάρος $100 - 1,25 = 98,75$ g.

Τότε η % περιεκτικότητα σε Fe_2O_3 σε ξηρό υλικό θα είναι: $(32,55/98,75) \cdot 100 = 32,96$ g. Άρα και η % περιεκτικότητα θα είναι 32,96 %.

2. Ένα ορυκτό μαγγανίου αναλύεται σταθμικά με τελικό προϊόν της ανάλυσης το Mn_3O_4 .
- α) ποιος είναι ο (σταθμικός) συντελεστής μετατροπής του Mn_3O_4 σε Mn και σε Mn_2O_3 ;
- β) ποια είναι η % περιεκτικότητα του ορυκτού σε Mn και ποια σε Mn_2O_3 αν το αρχικό δείγμα του ορυκτού είναι 1,52 g και το τελικό προϊόν είναι 0,126 g Mn_3O_4 ;

Υπολογισμοί.

- α) Από τον τύπο του Mn_3O_4 φαίνεται ότι σε 1 mol αυτού περιέχονται 3 mol ατόμων Mn. Άρα ο συντελεστής μετατροπής του Mn_3O_4 σε Mn είναι: $\text{συντελεστής} = 3 \cdot A_r \text{ Mn} / M_r \text{ Mn}_3\text{O}_4 = 3 \cdot 55 / 229 = 0,721$
- Για την περίπτωση του Mn_2O_3 σε 2 mol Mn_3O_4 αντιστοιχούν 3 mol Mn_2O_3 . Άρα ο συντελεστής μετατροπής του Mn_3O_4 σε Mn_2O_3 είναι: $\text{συντελεστής} = 3 \cdot M_r \text{ Mn}_2\text{O}_3 / 2 M_r \text{ Mn}_3\text{O}_4 = 3 \cdot 158 / 2 \cdot 229 = 1,04$

- β) Αφού γνωρίζουμε τους συντελεστές μετατροπής του τελικού ιζήματος μπορούμε να δώσουμε την % περιεκτικότητα σε καθένα από τα ζητούμενα. Έτσι:

$$\% \text{ Mn} = [0,126 \cdot 0,721 / 1,52] \cdot 100 = 5,98$$

$$\% \text{ Mn}_2\text{O}_3 = [0,126 \cdot 1,04 / 1,52] \cdot 100 = 8,62$$

Σταθμική Ανάλυση

3. Για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε FeS_2 ενός ορυκτού σιδηρο-
πυρίτη, η ανάλυση μετέτρεψε το θείο σε τελικό προϊόν BaSO_4 το βάρος
του οποίου ήταν 1,55 g, για αρχικό βάρος ορυκτού 1,00g.
α) ποια η % περιεκτικότητα του ορυκτού σε FeS_2 ;
β) αν η ανάλυση γινόταν με προσδιορισμό του σιδήρου σαν Fe_2O_3 ποια
θα ήταν η τελική μάζα του οξειδίου;

Υπολογισμοί.

- α) Η στοιχειομετρία των τύπων δείχνει ότι τελικά $1 \text{ mol FeS}_2 \rightarrow 2 \text{ mol BaSO}_4$
Άρα τα $(1,55 \text{ g} / 233 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}) \text{ BaSO}_4$ θα προέρχονται από $(1,55 / 2 \cdot 233) \text{ mol FeS}_2$.
Η μάζα λοιπόν του καθαρού FeS_2 θα είναι $(1,55 / 2 \cdot 233) \text{ mol} \cdot 120 \text{ g/mol} = 0,4 \text{ g}$
Τότε η % περιεκτικότητα του ορυκτού είναι $(0,4 / 1,00) \cdot 100 = 40 \%$
β) Αν η ανάλυση γινόταν με μετατροπή του FeS_2 σε Fe_2O_3 τότε φαίνεται ότι
από $2 \text{ mol FeS}_2 \rightarrow 1 \text{ mol Fe}_2\text{O}_3$
Άρα από $(0,4 \text{ g} / 120 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1})$ θα παράγονται $0,2 / 120 \text{ mol Fe}_2\text{O}_3$ ή
 $(0,2 / 120) \text{ mol} \cdot 160 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 0,27 \text{ g Fe}_2\text{O}_3$.
4. Σε ένα κράμα το περιεχόμενο Al προσδιορίζεται τελικά σταθμικά μέσω
καταβύθισης με 8- υδροξυκινολίνη, $(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})$, σαν $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$. Αν
από 1,02 g κράματος λαμβάνονται τελικά 0,19 g ιζήματος, ποια είναι η
περιεκτικότητα του κράματος σε Al;

Υπολογισμοί.

- Ο συντελεστής μετατροπής $\text{Al} / \text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$ είναι $27/459 = 0,0588$
Άρα στα 0,19 g ιζήματος αντιστοιχούν $0,19 \cdot 0,0588 = 0,011 \text{ g Al}$.
Τελικά στο κράμα θα περιέχεται $(0,011 / 1,02) \cdot 100 = 1,095 \%$ Al
5. Ένα κράμα περιέχει πλην των άλλων μετάλλων Al και Mg. Δείγμα από
το κράμα μάζας 1,23 g διαλύεται και κατεργάζεται κατάλληλα ώστε να
καταβυθιστούν μόνο τα δύο αυτά μέταλλα σαν ιζήματα με 8-υδροξυκινο-
λίνη δηλαδή σαν $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$ και $\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2$. Τα ιζήματα αυτά
ζυγίζουν 15,64 g. Το συνολικό αυτό ίζημα πυρώνεται έτσι ώστε τα μέταλ-
λα να ζυγίζονται τελικά ως οξείδια, δηλαδή Al_2O_3 και MgO . Το τελικό
αυτό υπόλειμμα της πύρωσης ζυγίζει 2,00g. Ποια η % περιεκτικότητα του
αρχικού κράματος στα δύο αυτά μέταλλα;

Υπολογισμοί.

Ας υπολογίσουμε πρώτα τους σταθμικούς συντελεστές των μετάλλων και
των ιζημάτων τους με 8- υδροξυκινολίνη.

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

Είναι $\text{Al}/\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3 = 27/459 = 0,0588$ και $\text{Mg}/\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 = 24/312 = 0,0769$

Άρα αν αρχικά υπήρχαν στο κράμα x g Al και y g Mg τότε πρέπει (!):

$$x / 0,0588 + y / 0,0769 = 15,64 \quad (1)$$

Ανάλογα οι σταθμικοί συντελεστές μετατροπής των μετάλλων στα οξείδια τους είναι:

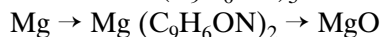
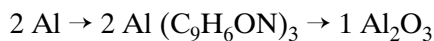
$$\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 27/102 = 0,265 \text{ και } \text{Mg}/\text{MgO} = 24/40 = 0,6$$

$$\text{Τότε πρέπει } x/0,265 + y/0,6 = 2,00 \quad (2)$$

Από το σύστημα των δύο εξισώσεων προκύπτει $x = 1,17$ g και $y = 0,02$ g Mg.

Τελικά % Al = $(1,17/1,22) \cdot 100 = 95,12$ και $(0,02/1,23) \cdot 100 = 1,6$ % σε Mg.

* Δοκιμάστε να κάνετε τους υπολογισμούς ξεκινώντας από x mol Al και y mol Mg στο αρχικό δείγμα. Χρησιμοποιήστε τη στοιχειομετρία των μετατροπών:



Προσέξτε πάντως ότι το κράμα περιέχει και άλλα μέταλλα και συνεπώς το αρχικό βάρος του δεν είναι το άθροισμα των δύο μετάλλων.

6. Σε χωνευτήριο πορσελάνης που ζυγίζει 27,26 g εισάγεται ποσότητα ένυδρου χλωριούχου βαρίου, $\text{BaCl}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ οπότε το νέο βάρος είναι 28,28 g. Το χωνευτήριο θερμαίνεται στους 200°C και ζυγίζεται μέχρι σταθερού βάρους. Το τελικό βάρος είναι τότε 28,13 g.

α) ποιος είναι ο τύπος του ένυδρου άλατος, δηλαδή ποιος είναι ο αριθμός των κρυσταλλικών νερών x ;

β) αν η ίδια ποσότητα του άλατος διαλυόταν στο νερό και από το διάλυμα καταβυθίζονταν το βάριο ως θεικό βάριο, BaSO_4 ποια θα ήταν η μάζα του ιζήματος;

Υπολογισμοί.

- α) Το βάρος του ενύδρου άλατος είναι η διαφορά $(28,28 - 27,26) = 1,02$ g $\text{BaCl}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$.

Η απώλεια βάρους κατά την πύρωση οφείλεται στην απομάκρυνση του κρυσταλλικού νερού. Η ποσότητά αυτού είναι τελικά $(28,28 - 28,13) = 0,15$ g H_2O . Το άνυδρο άλας θα είναι τότε $1,02 - 0,15 = 0,87$ g.

Ο συντελεστής μετατροπής άνυδρου προς ένυδρο με x μόρια νερού είναι: $\text{συντελεστής} = 208 / (208 + 18x)$

Άρα $208 / (208 + 18x) = 0,87 / 1,02 \Rightarrow x = 2$ και ο τύπος του άλατος $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$.

Σταθμική Ανάλυση

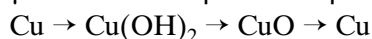
β) Τα 0,87 g BaCl_2 είναι $0,87 \text{ g} / 208 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 0,0042 \text{ mol}$.

Αυτά θα δώσουν επίσης 0,0042 mol BaSO_4 ή 0,98 g ίζημα.

7. Δείγμα από ένα ορυκτό του χαλκού, βάρους 4,00 g διαλυτοποιείται κατάλληλα και καταβυθίζεται ο χαλκός σαν $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Όλη η ποσότητα του ιζήματος πυρώνεται και μετατρέπεται σε CuO . Αυτό εισάγεται σε γυάλινο προζυγισμένο σωλήνα οπότε το σύνολο ζυγίζει $m_0 = 58,60 \text{ g}$. Ο σωλήνας θερμαίνεται μέχρι τους 400°C με ταυτόχρονη διαβίβαση προπάνιου το οποίο καίγεται πλήρως με μετατροπή του CuO σε Cu . Μετά την ψύξη ο σωλήνας ζυγίζει $m = 58,36 \text{ g}$. Υπολογίστε την περιεκτικότητα του ορυκτού σε Cu .

Υπολογισμοί.

Οι μετατροπές που γίνονται κατά την ανάλυση είναι :



Η μείωση βάρους του σωλήνα στην τελική φάση οφείλεται στην μετατροπή του οξειδίου σε καθαρό μέταλλο, δηλαδή στην απώλεια του οξυγόνου. Αυτή είναι $58,60 - 58,36 = 0,24 \text{ g}$

Άρα αν τα g του CuO είναι x πρέπει να είναι

$$(79,5 / 63,5) = (x / x - 0,24) \rightarrow x = 1,2 \text{ g}$$

Ο συντελεστής μετατροπής $\text{Cu}/\text{CuO} = 63,5/79,5 = 0,799$. Άρα η αρχική ποσότητα του χαλκού είναι:

$$1,2 \cdot 0,799 = 0,96 \text{ g Cu.}$$

Η % περιεκτικότητα του ορυκτού σε χαλκό είναι τελικά $(0,96/4,00) \cdot 100 = 23,96 \%$.

Ερωτήσεις - Προβλήματα

1. Σε ένα δείγμα προσδιορίζεται ποσοτικά η περιεκτικότητα σε ιόντα χλωρίου, Cl^- , με καταβύθιση: (α) σαν χλωριούχο άργυρο, AgCl και (β) σαν χλωριούχο μόλυβδο, PbCl_2 . Ποιος είναι ο σταθμικός συντελεστής ή συντελεστής μετατροπής; [α) $35,5 / 143,5 = 0,247$
β) $2 \cdot 35,5 / 278 = 0,255$]
2. Σε ένα ορυκτό σιδήρου, προσδιορίζεται η περιεκτικότητά του σε σίδηρο, Fe , σταθμικά με ζύγιση τελικά του παραγόμενου Fe_2O_3 . Ο σταθμικός συντελεστής μετατροπής είναι:
α) $1/2$ β) $2/1$ γ) $56/160$ δ) $2 \cdot 56/160$ ε) $2/160$ [δ]
3. Η προσθήκη του αντιδραστηρίου καταβύθισης γίνεται πάντα με ταυτόχρονη ανάδευση του διαλύματος. Αυτό γίνεται για :
α) επιτάχυνση της αντίδρασης β) αποφυγή τοπικής καταβύθισης
γ) λόγους παραδοσιακούς δ) αποφυγή μόλυνσης του ιζήματος
[β]
4. Αν θέλατε να εκπλύνετε ένα ιζημα πάνω στον ηθμό με διάλυμα ενός ηλεκτρολύτη θα χρησιμοποιούσατε διάλυμα:
α) νιτρικού νατρίου, NaNO_3 β) νιτρικό αμμωνίου, NH_4NO_3
γ) οινόπνεύματος δ) απιονισμένο νερό [β]
5. Θέλετε να ξηράνετε ένα ιζημα για την απομάκρυνση του διαλύτη (π.χ. του νερού) και άλλων πτητικών ουσιών. Θα τοποθετούσατε το ιζημα σε:
α) ξηραντήρα β) πυριατήριο γ) φούρνο δ) στον αέρα
[β]
6. Το ένυδρο οξείδιο του σιδήρου, $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$, σε άνυδρο οξείδιο κατάλληλο για να ζυγιστεί θα χρησιμοποιούσατε:
α) ξήρανση β) θέρμανση γ) πύρωση δ) καύση [γ]
7. Θέλετε να διηθήσετε ένα ιζημα που έχει πολύ μικρούς κρυστάλλους. Το χάρτινο ηθμό που θα χρησιμοποιήσετε θα πάρετε από κουτί ηθμών του οποίου η ταινία έχει χρώμα:
α) μαύρο β) λευκό γ) μπλε δ) οποιονδήποτε [γ]

Σταθμική Ανάλυση

8. Πολλές φορές κατά την διήθηση ενός ιζήματος χρησιμοποιούνται οι λεγόμενοι *πτυχωτοί ηθμοί*. Αυτό γίνεται όταν:
- α) σημασία έχει η ταχύτητα στην διήθηση β) σημασία έχει το διήθημα και όχι το ιζημα
γ) το ιζημα είναι μικροκρυσταλλικό δ) ο ηθμός θα καεί σε λύχνο [β]
9. Κατά τη διήθηση με ηθμό και χωνί φροντίζουμε το στέλεχος του χωνιού να εφάπτεται με τα τοιχώματα του ποτηριού που υποδέχεται το διήθημα. Αυτό γίνεται για να:
- α) αυξάνεται η ταχύτητα της διήθησης β) στηρίζεται καλύτερα το χωνί
γ) για να μην τινάζονται σταγονίδια στα τοιχώματα του ποτηριού
δ) από συνήθεια, δεν είναι απαραίτητο [α και γ]
10. Πως θα καταλάβετε ότι η ικανότητα ενός ξηραντήρα για ξήρανση και ψύξη των ιζημάτων έχει πλέον μηδενιστεί;

Υπολογιστικές Ασκήσεις

1. Μετά τη διαλυτοποίηση 1,2153 g ενός πετρώματος σιδήρου και για το σταθμικό προσδιορισμό του μετάλλου το καταβυθισθέν ίζημα πυρωμένο στους $800^{\circ} - 900^{\circ} \text{C}$ έδωσε 0,4378 g Fe_2O_3 . Να υπολογιστεί η επί % περιεκτικότητα του πετρώματος σε σίδηρο. [25,22%]
2. 1,0136 g δείγματος ορυκτού μαγνητίτη διαλυτοποιούνται με διάλυμα HCl . Η ποσότητα των ιόντων του Fe^{2+} οξειδώνεται με HNO_3 και η όλη ποσότητα του σιδήρου είναι με τριθενή μορφή Fe^{3+} . Καταβυθίζεται ο σίδηρος ως $\text{Fe}(\text{OH})_3$ και το ίζημα διηθείται και μετά την πύρωση παρέχει βάρος 0,4820 g Fe_2O_3 . Να υπολογιστεί η επί % περιεκτικότητα του ορυκτού σε Fe και Fe_3O_4 [33,29% Fe & 45,97% Fe_3O_4]
3. Σε διάλυμα ιόντων σιδήρου προστίθεται NH_4OH και το ίζημα που καθιζάνει πυρώνεται και ξηγισμένο είναι ίσο με 0,2016 g. Να υπολογιστεί η επί % w/w περιεκτικότητα του σιδήρου, αν το διάλυμά του είχε προκύψει από διαλυτοποίηση 0,6315 g ορυκτού του. [22,35%]
4. Σε 1 g κοινής στυπτηρίας καθαρότητας 98 % επιδρούμε με NH_4OH παρουσία NH_4Cl . Το σχηματιζόμενο ίζημα από $\text{Al}(\text{OH})_3$ διηθείται και πυρώνεται. Ζητείται η μάζα του στερεού υπολείμματος και η επί % περιεκτικότητα της στυπτηρίας σε Al . [0,13g ή 7,04%]
5. Κατά την ανάλυση 1,2150 g αργίλου προέκυψε μεταξύ των διαφόρων διαδικασιών στερεό υπόλειμμα από $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ ίσο με 0,2853 g. Η περιεκτικότητα της αργίλου σε Fe είναι 0,065 g. Ποιο είναι το βάρος του περιεχομένου αργιλίου στο δείγμα επί %; [8,379% Al]
6. Κατά το σταθμικό προσδιορισμό του ασβεστίου και μετά τη διαλυτοποίηση 3,5137 g δείγματος οστού το ασβέστιο είχε κατά τις διαδικασίες ανάλυσης τη μορφή του $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, CaCO_3 και CaO . Ποιες είναι οι μάζες των τριών μορφών του ασβεστίου αν το δείγμα περιέχει 11,35 % Ca ; [0,146 – 0,100 – 0,056 g αντίστοιχα]
7. 0,3714 g ασβεστόλιθου πυρούμενα παρέχουν στερεό υπόλειμμα 0,2080 g. Να υπολογιστεί η εκατοστιαία περιεκτικότητα του πετρώματος σε CaCO_3 [περίπου 100%]
8. Ένα διάλυμα που προορίζεται για την καταβύθιση του αργιλίου σύμφωνα με τη μέθοδο του σταθμικού προσδιορισμού του πρέπει να περιέχει αργίλιο της τάξης των 50 mg. Να υπολογιστεί η μάζα του $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ που πρέπει να ξηγιστεί για την ανάλυση (ως δείγμα). [1,23g]
9. Σε διάλυμα που προέρχεται από διαλυτοποίηση 0,9522 g ορυκτού, προσθέτουμε περίσσεια διαλύματος BaCl_2 , οπότε το ίζημα μετά την πύρωση ξηγίζει 0,3025 g. Ποια είναι η περιεκτικότητα του ορυκτού σε θειικά (SO_4); [13,089% SO_4^{2-}]

Επαναληπτικές Ερωτήσεις Κλασικής Ανάλυσης

1. Η κλασική ανάλυση στηρίζεται σε μια ενώ η ενόργανη ανάλυση στην μέτρηση μιας
2. Οι ογκομετρικές μέθοδοι στηρίζονται στη μέτρηση:
 - α. όγκου αερίων.
 - β. στην μάζα ιζήματος.
 - γ. στον όγκο διαλύματος.
 - δ. όγκου προτύπου διαλύματος που αντιδρά με την ουσία που προσδιορίζεται.
 - ε. μάζα του προτύπου διαλύματος.
3. Το βασικό όργανο μιας ογκομετρικής μεθόδου είναι:
 - α. ένας αναλυτικός ζυγός.
 - β. μια προχοΐδα.
 - γ. ένα σιφώνιο.
 - δ. ένα χωνευτήριο.
 - ε. μια κωνική φιάλη.
4. Ποιες προϋποθέσεις πρέπει να εκπληρώνει μια αντίδραση για να αποτελέσει την βάση μιας ογκομετρικής μεθόδου;
5. Πόσα mL διαλύματος HCl 0,1 M απαιτούνται για να αντιδράσουν πλήρως με 25 mL διαλύματος NaOH 0,4 M; Αν η αντίδραση αποτελεί την βάση μιας ογκομετρικής τεχνικής ποιο είναι το ισοδύναμο σημείο σε αυτή;
6. Ένας δείκτης αλλάζει χρώμα όταν :
 - α. αλλάξει η πυκνότητα του διαλύματος.
 - β. αλλάξει ο όγκος του διαλύματος.
 - γ. όταν εξαντληθεί η ουσία που προσδιορίζεται και αρχίζει να περισσεύει το αντιδραστήριο.
 - δ. όταν αλλάξει το pH του διαλύματος
 - ε. όταν αλλάξει απότομα το pH του διαλύματος.
7. Σε μια σταθμική ανάλυση το ιζήμα θα πυρωθεί στους $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ για να μετατραπεί σε οξείδιο. Θα χρησιμοποιούσατε για την αρχική διήθηση χάρτινο ή γυάλινο ηθμό; Εξηγείστε.
8. Για την έκπλυση ενός ιζήματος θα χρησιμοποιούσατε 50 mL νερό δια μιας ή 5 κλάσματα νερού των 10 mL;

Κλασική Ποσοτική Ανάλυση

9. Τελικό σημείο μια αντίδρασης που αποτελεί τη βάση μιας ογκομετρικής μεθόδου είναι:
- α. το σημείο στο οποίο τελειώνει η αντίδραση.
 - β. τα 50,00 mL.
 - γ. Το σημείο όπου αντιδρά το 50 % της ουσίας
 - δ. όταν αντιδρά το 100% της ουσίας.
 - ε. το σημείο στο οποίο αλλάζει χρώμα ο δείκτης άρα και το διάλυμα.
10. Η αντίδραση καταβύθισης Cl^- με διάλυμα AgNO_3 αποτελεί τη βάση μιας μεθόδου:
- α. ογκομετρικής.
 - β. συμπλοκομετρικής.
 - γ. σταθμικής.
 - δ. οξειδοαναγωγικής.
 - ε. οξυμετρίας –αλκαλιμετρίας.
11. Κατά τον προσδιορισμό Αργιλίου, Al, σε ορυκτό, με μια σταθμική μέθοδο το τελικά ζυγιζόμενο υλικό είναι το Al_2O_3 . Ο σταθμικός συντελεστής είναι τότε:
- α. $\frac{2}{3}$ β. $\frac{54}{102}$ γ. $\frac{54}{48}$ δ. $\frac{102}{54}$
- ε. δεν μπορεί να βρεθεί. Χρειάζονται και άλλα δεδομένα.
12. Ένα ορυκτό αναλύεται για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητάς του σε Μαγγάνιο, Mn. Η σταθμική μέθοδος που χρησιμοποιείται μετατρέπει και ζυγίζει τελικά Mn_3O_4 . Αν ένα αρχικό δείγμα μάζας 1,52 g δίνει τελικά 0,126 g Mn_3O_4 , υπολογίστε την περιεκτικότητα του ορυκτού σε Mn και σε MnO_2 [5,99 %, 9,5%]
13. Ποια είναι η ένδειξη της προχοΐδας στο παρακάτω σχήμα;
- α. 39,2 mL β. 39,24 mL γ. 39,3 mL δ. 39,68 mL ε. 39,75 mL

