



ANALITO EZ-ORGANIKOEN DETERMINAZIORAKO LAGINAREN TRATAMENDUA

Laginaren tratamendua – 3 GAIA

Lagin solidoen disoluzioa eta deskonposizioa

- Lagin solidoen tratamenduan kontutan hartu beharreko puntuak:

- **ETEKINA:** laginaren disoluzio osoa edo partziala
- **ABIADURA:** prozedura ahalik eta arinena izan behar da
- **INTERFERENTZIAK:** erreaktiboaren soberakinen eliminazio erraza
- **DM:** erreaktiboaren purutasuna, kutsadura minimizatu
- **ETEKINA:** galerak saihestu behar dira
- **SEGURTASUNA:** prozedura segurua izan behar da
- disolbatzaileak ez du ontzia erasotu behar

Lagin solidoen disoluzioa eta deskonposizioa

- Bi bide lagin solidoen disoluziorako edo deskonposiziorako:
 - **Bide hezea**
 - Disoluzioa
 - Erreakzio kimikorik gabe
 - Erreakzio kimikoarekin
 - Lixibiazioa
 - **Bide lehorra**
 - Fusioa
 - Mineralizazioa



Bide hezea - Disoluzioa

- **Erreakzio kimikorik gabeko disoluzioa:**
 - Disolbatzailerik erabilienak:
 - Ura
 - Disoluzio indargetzaileak
 - Disolbatzaile organikoak
 - Disolbatzaileen nahasteak
 - Temperatura erabil daiteke prozesua arintzeko:
 - Aplikagarritasun mugatua (gatzak, lagin organikoak,...)
 - Prozesu seguruak

Bide hezea - Disoluzioa

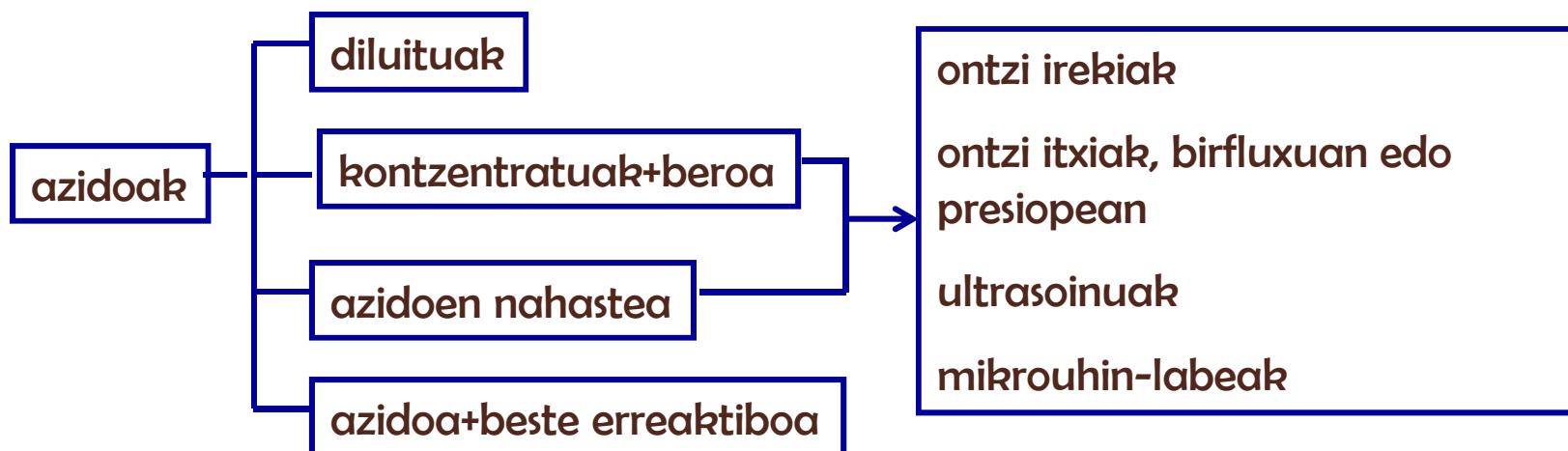
- **Disoluzioa erreakzio kimikoarekin:**

- Erreakzio kimikorik gabe disolbatu daitezkeen substantziak gutxi dira
- Erreakzio kimikoaren kasuan erabiltzen diren disolbatzaileak azidoak (gehienetan sendoak) dira:
 - Diluituak
 - Kontzentratuak
 - Azidoen nahasteak



Bide hezea - Disoluzioa

- Erreakzio kimikoaren bidezko disoluzioa:**



- $E_M^0 < E_{H^+}^0$ duten metalak (ez beti, pasibazioa), hainbat oxido, karbonato eta sulfuro: H^+ -arekin erreakzioa \Rightarrow metalaren espezie disolbagarria:



- Nitrikoarekin oxidagarriak diren metalak:

HNO_3 -arekin erreakzioa \Rightarrow metalaren espezie disolbagarria:



Bide hezea - Disoluzioa

- Erreakzio kimikoaren bidezko disoluzioa:**

Mecanismo de reacción	Compuestos a disolver	Especie reactiva	Ejemplo
Ácido-base	Sales cuyo anión tenga carácter básico	H ⁺	$\downarrow \text{CaCO}_3 + 2 \text{H}^+ \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{Ca}^{2+}$ $\downarrow \text{ZnS} + 2 \text{H}^+ \rightarrow \text{Zn}^{2+} + \text{H}_2\text{S}$
Oxidación-reducción	Metales más electronegativos que el hidrógeno	H ⁺	$\text{Zn} + 2 \text{H}^+ \rightarrow \uparrow \text{H}_2 + \text{Zn}^{2+}$ $2 \text{Al} + 6 \text{H}^+ \rightarrow \uparrow 3 \text{H}_2 + 2 \text{Al}^{3+}$
	Metales menos electronegativos que el hidrógeno	Ácidos oxidantes (HNO ₃ , HClO ₄ , H ₂ SO ₄)	$\text{Cu} + 8 \text{HNO}_3 \rightarrow \text{Cu}^{2+} + 2 \text{NO} + 4 \text{H}_2\text{O} + 6 \text{NO}_3^-$ $\text{Cu} + 2 \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{Cu}^{2+} + \text{SO}_2 + 2 \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_4^{2-}$
	Compuestos susceptibles de ser oxidados	Ácidos oxidantes (HNO ₃ , HClO ₄ , H ₂ SO ₄)	$\text{CuS} + \text{HNO}_3 \rightarrow \text{Cu}^{2+} + 3\text{S} + 2\text{NO} + 4 \text{H}_2\text{O}$
	Materia orgánica	Ácidos oxidantes (HNO ₃ , HClO ₄ , H ₂ SO ₄)	$\text{M. orgánica} + \text{HNO}_3 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{NO} + \text{H}_2\text{O}$ $+ \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ $+ \text{HClO}_4 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{Cl}_2 + \text{otras especies}$
Complejación	Óxidos o sales de metales que forman complejos	Ácidos con aniones complejantes (HF, HCl, H ₃ PO ₄)	$\downarrow \text{AgCl} + 3 \text{HCl} \rightarrow \text{AgCl}_4^{3-} + 3 \text{H}^+$ $4 \text{HF} + \text{SiO}_2 \rightarrow \uparrow \text{F}_4\text{Si} + 2 \text{H}_2\text{O}$ $\text{Fe}^{3+} + \text{H}_3\text{PO}_4 \rightarrow \text{FeHPO}_4^+ + 2 \text{H}^+$

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoak:**

- Erreaktibitate gehiago kontzentrazio eta temperatura altoagotan
- Sistema irekietan eta itxietan erabili daitezke
- Kontutan hartu beharreko aldagaiak:
 - Azidoaren indarra
 - Azidoaren irakite-puntua
 - Azidoaren oxidatzeko eta konplexuen formazioa eragiteko ahalmena
 - Erreakzioan sortutako konposatuen disolbagarritasuna

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoak:**

- **HCl:**

- oxidatzaile eta konplexatzaile ahula
- metal elektropositiboak, oxidoak, karbonatoak, fosfatoak, boratoak, zenbait sulfuro eta silikato.
- Hg, Ag eta Tl hauspeatzen dira ($\text{Hg}_2\text{Cl}_2 \downarrow$, $\text{AgCl} \downarrow$ eta $\text{TlCl} \downarrow$)

- **HNO_3 :**

- oxidatzaile sendoa
- metal gehienak, bitxiak (Au, Pt, Pd, Ru, Rh, Os) eta erasogaitzak (Al, Si, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Mo, W) izan ezik

- **H_2SO_4 :**

- oxidatzaile sendoa eta deshidratatzaile
- aleazioak, oxidoak, sulfuroak, artseniatoak...metal bitxiak ez.
- Ca, Sr, Pb eta Ba hauspeatzen dira ($\text{CaSO}_4 \downarrow$, $\text{SrSO}_4 \downarrow$, ...)

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoak:**

- **HClO₄:**

- oxidatzaile sendoa
- Beste azidorekin disolbagaitzak diren aleazioak

- **HF:**

- konplexatzaile sendoa
- silikatoak, zenbait metal erasogaitz
- beirazko ontzirik ez (Pt, tefloia, zenbait plastiko)

- **H₃PO₄:**

- oxidatzaile eta konplexatzaile ahula
- Ferritak (Fe- α : burdinaren egitura kristalino bat, imanak), kromitak (FeCr₂O₄), sulfuroak...

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoen nahasteak:**

- **Aldi berean efektu desberdinak lor daitezke:**

- konplexatzailea + oxidatzailea ($\text{HCl} + \text{HNO}_3$)
- Azidotasuna + konplexatzailea ($\text{HCl} + \text{HF}$)

- **Prozesuaren erreaktibitatea areagotu daiteke: $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ (sinergia)**

- **Azido baten eragina moteltzen du besteak: $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (orden horretan)**

- **Bigarren azidoak lehengoaren aztarnak elimina ditzake ($\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$)**

Bide hezea - Disoluzioa

Ácido	Naturaleza	T de ebullición	Ejemplos de aplicaciones (de sólo el ácido)	Mezclas más comunes	Aplicaciones más comunes de mezclas
HCl	Ácido fuerte Reductor Bastante complejante	109 °C	Nutricionales: Ca, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Ni, Zn Medio Ambiente: Cd, As, As, Te, Hg, Sb, Al, Si Metalurgia: metales, óxidos Otros: carbonatos, fosfatos, boratos sulfuros	HCl + HNO ₃	HCl + HNO ₃ (3:1) Au, Os, Ir, Pt, Rh, en numerosas muestras (aceros y aleaciones especiales) $S^{2-} \rightarrow SO_4^{2-}$
HNO ₃	Ácido fuerte Oxidante Poco complejante	121 °C	Destruye materia orgánica Metalurgia: disuelve muchos metales: Cu, Pb, Zn, Cd, Mo y sus aleaciones Medio ambiente: Ge, Ag, Bi, Pb, Se Refractarios: Be, U, V, HNO ₃ + HCl	HNO ₃ + HClO ₄ HNO ₃ + H ₂ SO ₄ HNO ₃ + H ₂ SO ₄ + HClO ₄ HNO ₃ + HF (complejante) HNO ₃ + H ₂ O ₂ HNO ₃ + V ₂ O ₅ HNO ₃ + Br ₂	Alimentos, materiales biológicos Metales nobles, As, Pb, Cu, Zn, Ge
HClO ₄	Ácido fuerte Muy oxidante en caliente No complejante	221 °C	Cr, V, grafito, S, Sb, As, Se, aceros Su uso sólo se recomienda en presencia de materia orgánica	HClO ₄ + HNO ₃ HClO ₄ + H ₂ SO ₄ HClO ₄ + HNO ₃ + H ₂ SO ₄	Muy útil para descomponer materia orgánica (en presencia de otros ácidos) y muestras biológicas
H ₃ PO ₄	Ácido relativamente débil Sin propiedades redox Complejante	213 °C	Sulfuros, ferritas, cromitas, silicatos	H ₃ PO ₄ + HNO ₃ H ₃ PO ₄ + H ₂ SO ₄ H ₃ PO ₄ + HClO ₄	Al ₂ O ₃ , silicatos
HF	Ácido débil Muy complejante	111 °C	SiO ₂ , silicatos, elementos refractarios	HF + H ₂ SO ₄ HF + H ₃ BO ₃ HF + HCl	Para la eliminación del efecto interferente de dicho ácido (F ₄ Si ⁺)
H ₂ SO ₄	Ácido fuerte Oxidante en concentrado y caliente	338 °C	Muchos metales, aceros, óxidos, carbonatos, hidróxidos	H ₂ SO ₄ + HNO ₃ + HClO ₄ H ₂ SO ₄ + HNO ₃	Disolución de matrices orgánicas

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoen eta beste erreaktibo batzuen nahasteak:**
 - Disolbatze-prozesuaren eraginkortasuna areagotzeko erabiltzen dira:
 - Irakite-puntuaren igoera
 - Katalizatzaile-eragina
 - Oxidatzeko ahalmenaren igoera
 - Konplexatzeko ahalmenaren igoera

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoen eta beste erreaktibo batzuen nahasteak:**

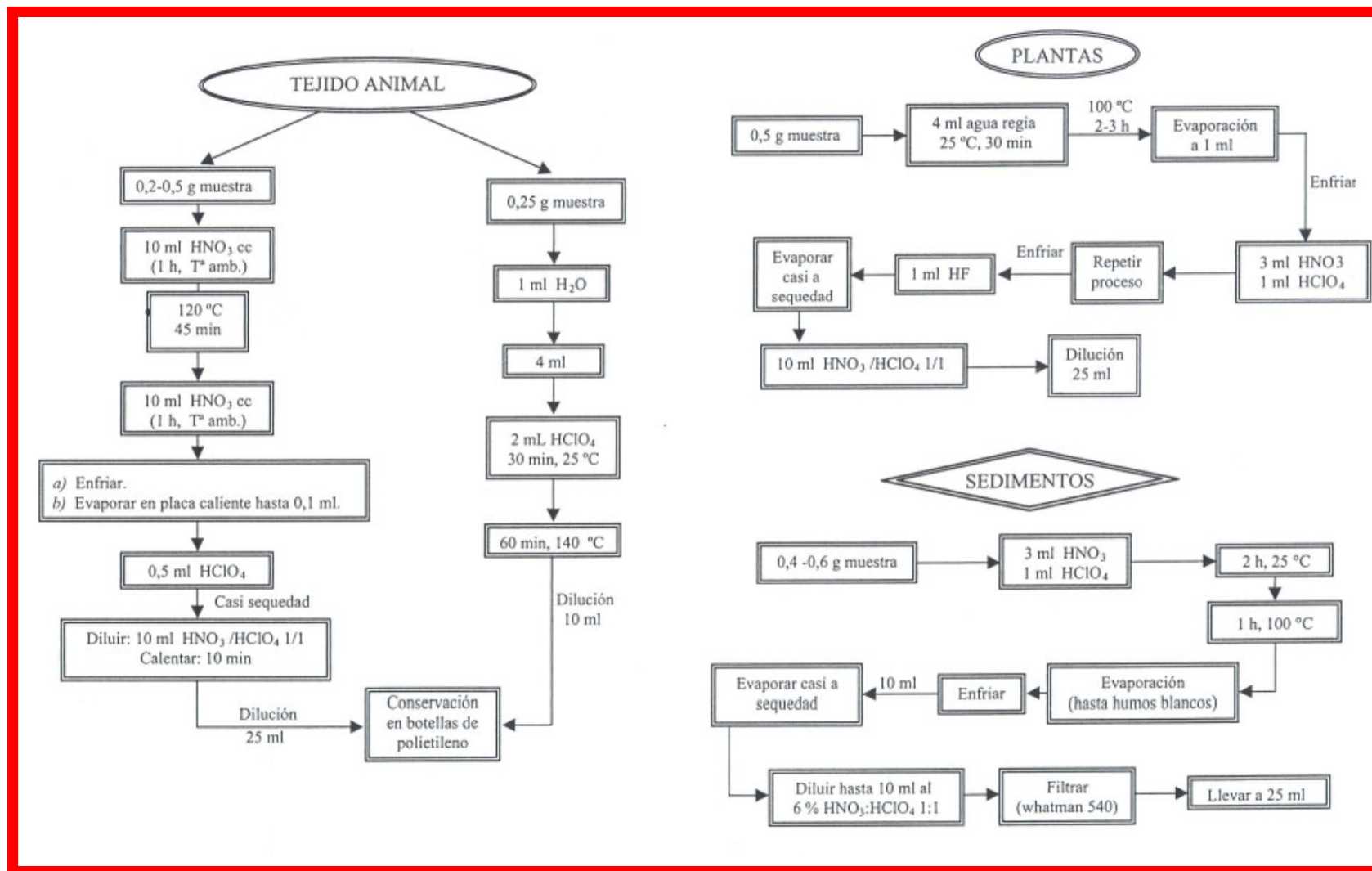
- $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HNO}_3$: H_2O_2 -aren ahalmen oxidatzailea areagotzen da azidotasunarekin
- $\text{KClO}_3 + \text{HCl}$: As eta S duten mineralak disolbatzeko
- elektrolito inerteak $(\text{K}, \text{Na})_2\text{SO}_4$: irakite-tenperaturaren igoera eragiten da ↑
- konplexatzaile organikoak: zitrato, oxalato, tartrato...
- katalizatzaileak: Ag^+ , Hg^{2+} , Cu^{2+} ...

Bide hezea - Disoluzioa

- **Azidoekin lan egiteko ontziak:**

	Kontz. (%)	I.T:	PTFE	PP/HDPE	Kuartzozko borosilikatoa	lkatz beiratua	Ta	Pt
HCl	37	>120	+	+(60°C)	+	+	+	+
H ₂ SO ₄	98	339	+	-	+	+	+	+
HNO ₃	69	122	+	-	+	+	+	+
HClO ₄	60	159	+	-	+	+	+	+
HF	38	112	+	+(100°C)	-	+	-	+
H ₃ PO ₄	35	158	+	+(60°C)	-	+	?	+

Bide hezea - Disoluzioa





Bide hezea - Disoluzioa

- **Laginaren disoluziorako prozedura arintzeko teknikak:**

- **ONTZI IREKIAK**

- Plakak
- Ultrasonu bainuak
- Ultrasonu fokatua

- **ONTZI ITXIAK**

- Presiopean
- Mikrouhin labeak

- **SISTEMA AUTOMATIZATUAK**

Bide hezea - Disoluzioa

- **Laginaren disoluziorako prozedura arintzeko teknikak:**

- **ONTZI IREKIAK**

- **Plakak**



- T altuak behar dira
- Espezie hegazkorren eta oxidoen eraketa
- Analitoen galerak
- Lagina kutsatzeko arriskua
- Disolbatzailearen kantitate handiak
- Etengabeko zaintza beharrezkoa

Bide hezea - Disoluzioa

- **Laginaren disoluziorako prozedura arintzeko teknikak:**

- **ONTZI IREKIAK**

- **Ultrasoinuzko bainuak**
- **Ultrasoinu fokatua**



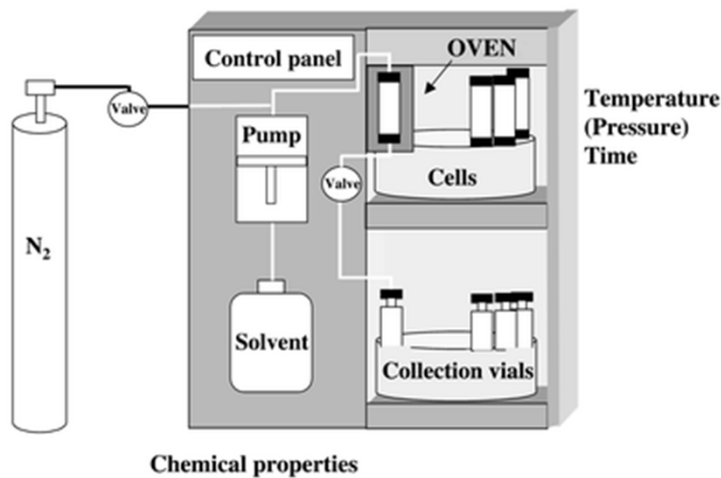
- **Erauzketa-denbora laburtzen da**
 - Laginaren tamaina
 - Sonikazio-potentzia
 - Laginaren posizioa bainuan: errepikakortasuna
- **Ultrasoinuzko energia fokatua**
 - Potentzia altuagoa
 - Disolbatzailearen kantitate txikiagoa

Bide hezea - Disoluzioa

- **Laginaren disoluziorako prozedura arintzeko teknikak:**

- **ONTZI ITXIAK**

- **Presiopean**



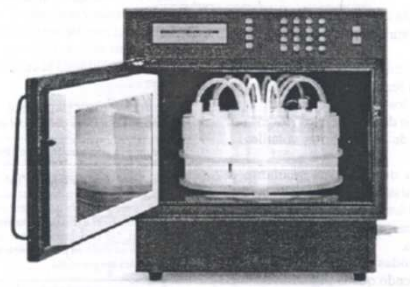
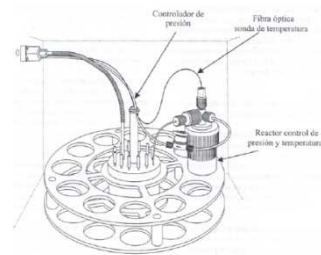
- T eta P altuagoetan lan egiten da
- Prozesuaren eraginkortasuna hobetzen da
- Analitoaren galerak gutxitzen dira
- Erresistentzia kimiko eta mekaniko handiko materiala
- Segurtasuna: presioaren kontrola behar da: segurtasun-balbula

Bide hezea - Disoluzioa

- **Laginaren disoluziorako prozedura arintzeko teknikak:**

- **ONTZI ITXIAK**

- Mikrouhinezko labeak



- Uhin elektromagnetikoak eragiten ditu:
 - Ioien migrazioa
 - Dipoloen errotazioa
- Laginaren ezaugarri fisiko-kimikoak (dentsitatea, biskositatea, ...), tamaina
- Temperatura, presioa, denbora

Bide hezea - Disoluzioa

- **Laginaren disoluziorako prozedura arintzeko teknikak:**
 - SISTEMA AUTOMATIZATUAK

- Automatizazio zaila
- Segurtasun-neurri zorrotzak

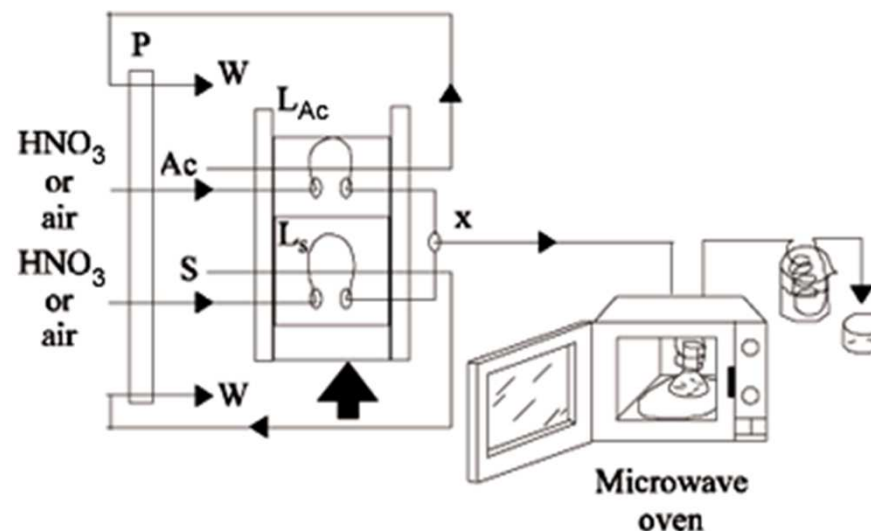


Figure 1. The FI-microwave oven-ETAAS system for the determination of lead in fish samples. L_S and L_{Ac} are the sample (300 μ L) and nitric acid (400 μ L) loops, respectively, and W is waste. Air flow rate, 2 $mL\ min^{-1}$.

Bide hezea - Lixibiazioa

- Intereseko analitoen askapena matrize solidotik: solido-likido edo solido-gas **erauzketa**
- Laginaren hainbat osagai ez dira disolbatuko (silikatoak, aluminatoak, ...)
 - matrize sinpleagoa
- Lixibiatuko den frakzioa (analitoak + matrizea): **baldintza esperimentalen arabera**
 - gero eta baldintza bortitzagoak orduan eta analito/interferentzia gehiago lixibiatuan

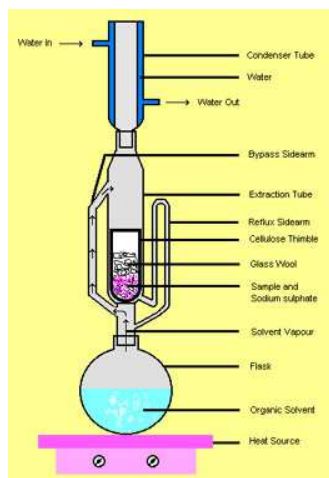
Bide hezea - Lixibiazioa



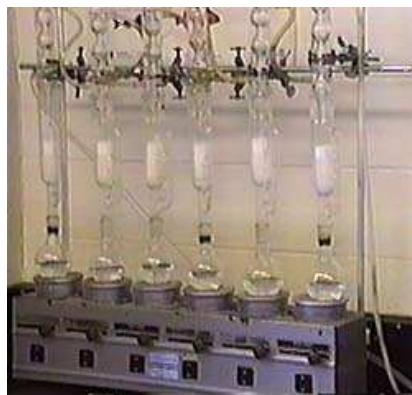
ohiko prozedura



Mikrouhinezko labea



Soxhlet



Ultrasonuzko bainua

Bide hezea - Lixibiazioa

- Oso erabilgarria da, ingurugiroko baldintzak simulatzeko erabil baitaiteke
- Metalen mugikortasuna eta eskuragarritasuna aztertu daitezke:
 - **Erauzketa sekuentziala:** BCR-k proposatutako metodoa sedimentuetarako

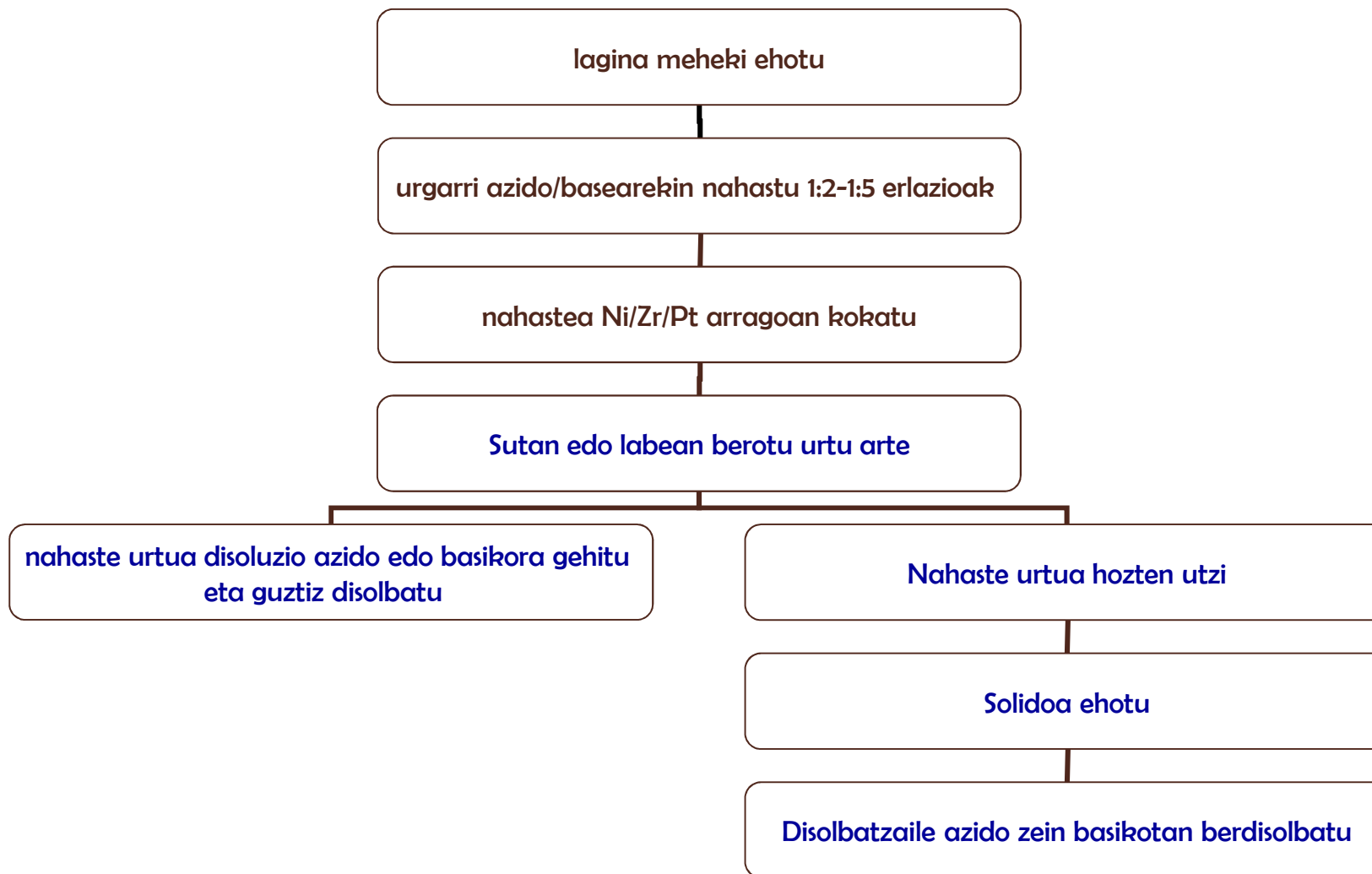
Urratsa	Erreaktiboak eta baldintzak
Uretan eta azidotan disolbagarria den frakzioa	HAz 0.1 M; 16 ordu irabiatu
Frakzio erreduzigarria	Hidroxilamina klorhidrato 0.1 M; 16 ordu irabiatu
Frakzio oxidagarria	Digestioa H_2O_2 -arekin (giro T) + lurrunketa + NH_4Az 1M; 16 ordu irabiatu
Hondakina	<i>Aqua Regia</i> -rekin digestioa

Bide lehorra - Fusioa

- Bide hezea erabiliz disolbaezinak diren materialen kasuan erabiltzen da
 - **Porlana**
 - **Aluminatoak, silikatoak**
 - Ti-zko (rutilo, TiO_2) eta Zr-zko (zirkon, ZrSiO_4) **mineralak**
 - Be, Si eta Al-zko **mineralak** (berilo, $\text{Be}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_6$)
 - Fe-zko mineral-hondarrak (**eskoriak**)
 - Cr, Si, Fe, W, Si eta Al-zko **oxidoak**
- Solidoen fusioa \Rightarrow Temperatura altua
 - $T \uparrow \Rightarrow$ disolbagarritasuna \uparrow eta erreaktibotasuna \uparrow
- Materialaren egitura kimikoaren aldaketa (deskonposizio kimikoa) gertatzen da

Bide lehorra - Fusioa

- **Solidoen fusioa: prozedura**



Bide lehorra - Fusioa

- Fusiorako **mekanismo** eta **urgarri** desberdinak erabili daitezke
 - T altuak (1200°C): disolbagarritasuna ↑ eta erreaktibotasuna ↑
 - Elektrolito ez-organiko urtuak: disolbatzaile sendoak
 - Bi mekanismo: azido-base eta erredox (urgarriaren ezaugarrien erabera)
- Elektrolito ez-organiko urtuak: Lewis-en azido/basea ezaugarriak:
 - 1) $\text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{O}^{2-}$; 2) $\text{SiO}_2 + \text{O}^{2-} \rightarrow \text{SiO}_3^{2-}$
- Elektrolito ez-organiko urtuak: erredox ezaugarriak:
 - 1) $\text{Na}_2\text{O}_2 + \text{beroa} \rightarrow \text{O}_2$; Oxidatzaile sendoa

Bide lehorra - Fusioa

- **Gehien erabiltzen diren urgarriak:**

- **Na_2CO_3 (Karbonatoak, urgarri basikoa))**

- ✓ f. p. = 851°C
- ✓ silikatoak eta konposatu erasogaitza asko disolbatzeko gai
- ✓ + $\text{KNO}_3/\text{KClO}_3/\text{Na}_2\text{O}_2$ (oxidatzaileak): S, As, Sb, Cr dituzten laginak oxidatzeko
- ✓ K_2CO_3 eta NaKCO_3 baliokideak dira

- **NaOH/KOH (hidroxido alkalinoak, urgarri basikoak)**

- ✓ f. p. = $318/360^\circ\text{C}$
- ✓ silikatoak, Sn arroketan, Zr keramiketan...

- **B_2O_3 (boro oxidoa, urgarri azidoa)**

- ✓ f. p. = 450°C
- ✓ Konposatu erasogaitz asko; borozko soberakina eliminatu behar izaten da (metanolarekin: ester metilborikoa ↑)

Bide lehorra - Fusioa

- **Gehien erabiltzen diren urgarriak:**
 - **KHSO_4 edo $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ (Sulfato azido eta disulfatoak, urgarri azidoak)**
 - ✓ f. p. = 500°C
 - ✓ $2 \text{KHSO}_4 \rightarrow \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{O} (\uparrow)$; $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{SO}_3$
 SO_3 : Lewis azido sendoa
 - ✓ Metal askoren oxidoak (Al, Be, Fe, Cr, Mo, Te, Ti, Zr, Nb, Ta)
 - **$\text{KF}+(\text{KH})\text{F}_2$ (Fluoruroak, urgarri azidoak)**
 - ✓ T^a baxuko urgarria
 - ✓ Be, Nb, Ta, Zr oxidoak disolbatzeko
 - **Na_2O_2 (Sodio peroxidoa, urgarri oxidatzailea)**
 - ✓ f.p.= 495°C
 - ✓ oxidatzaile sendoa
 - ✓ Aleazio erasogaitzak (Fe, Ni, Cr, Mo, W, La)

Bide lehorra - Fusioa

- **Gehien erabiltzen diren urgarriak:**



- ✓ emaitza: $\text{CaO} + \text{CaCl}_2$
 - ✓ silikatoetako metal alkalinoak



- ✓ Al_2O_3 , ZrO_2 eta Zr duten mineralak



- ✓ errektiborik erabilienak
 - ✓ **metaboratoa**: oxido azidoak (silizea, silikatoak, aluminatoak)
 - ✓ **tetraboratoa**: oxido basikoak (porlanak)
 - ✓ Oxigenoari lotuta dagoen ia edozer disolbatzeko gai

Bide lehorra - Fusioa

- Fusiorako material egokiak:**

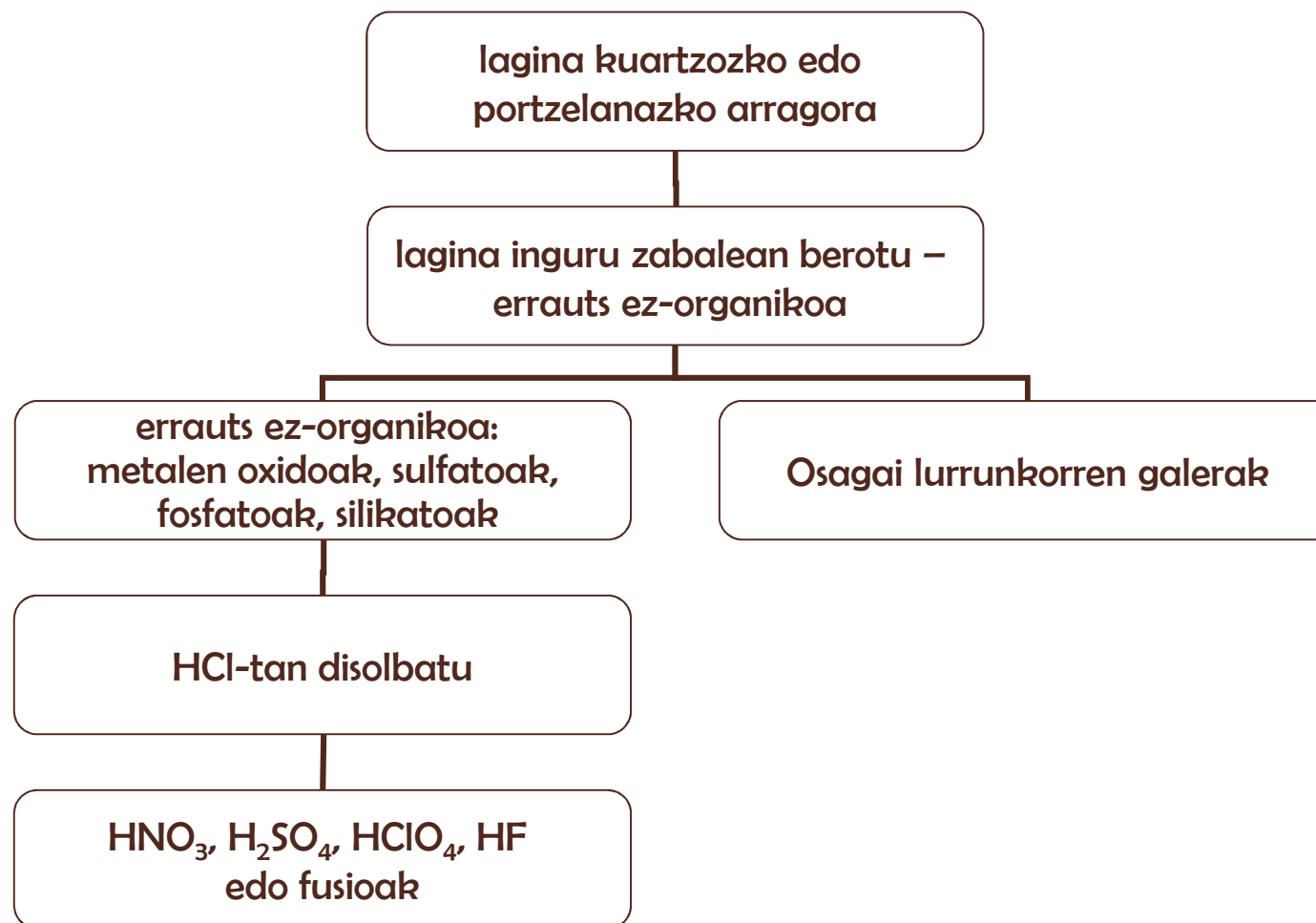
		Materialaren egonkortasuna urtze-puntu gorenean eta baldintza oxidakorretan						
	F.P.(°C)	Pt	Ni	Zr	kuartzo	borosilikatoa	ikatz beiraturua	Besteak
NaOH	318	-	600+	+	-	-	+	Au, Ag, Fe
KOH	360	-	600+	+	-	-	+	Au, Ag, Fe
Na ₂ CO ₃	853	1200+		+	-	-	+	
K ₂ CO ₃	891	1200+		+	-	-	+	Au
KF	857	900+	-	-	-	-	+	
KHF ₂	239	800+	-	-	-	-	+	
NaHSO ₄	186	500+		-	+	+	+	
KHSO ₄	219	500+		-	+	+	+	
Na ₂ S ₂ O ₇	401	700+		-	+	+	+	
K ₂ S ₂ O ₇	419	700+		-	+	+	+	
LiBO ₂	845	1200+		-	-	-	+	Pt-Au, Au
Li ₂ B ₂ O ₇	930	1200+		-	-	-	+	Pt-Au, Au
Na ₂ O ₂	495	500+	550+	-	-	-	-	Au, Ag, Fe

Bide lehorra - Mineralizazioa

- **Bi urratseko prozesua:**
 - ✓ laginean dagoen materia organikoa eliminatzea
 - ✓ hondakin ez-organikoa disolbatzea (azido diluituetan, posible bada)
- **Prozedura desberdinen bitartez burutu daiteke**
 - ✓ Errekuntza lehorra oxigenoarekin (dry ashing technique)
 - ✓ Pirolisia (Pyrolysis)
 - ✓ Errekuntza-hodiko teknika (combustion-tube technique)
 - ✓ Tenperatura baxuko errektuntza (low temperature ashing)

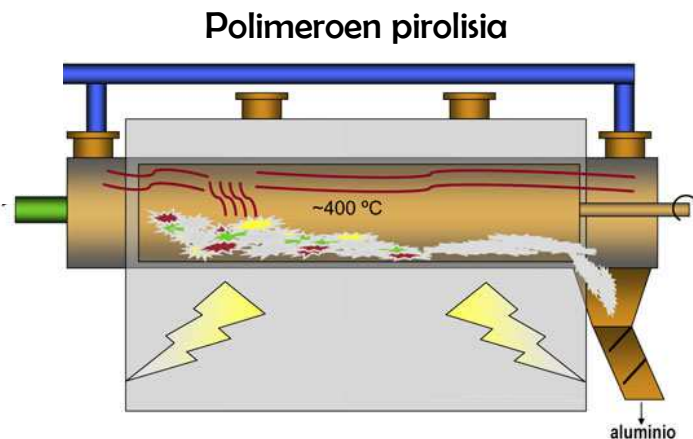
Bide lehorra - Mineralizazioa

- **Errekuntza lehorra oxigenoarekin:** erabiliena



Bide lehorra - Mineralizazioa

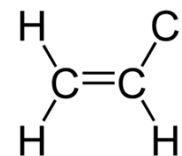
- **Pirolisia:** oxigenorik gabeko beroketa



Landare-ikatzaren ekoizpena

✓ Polimeroak monomerotan banatu

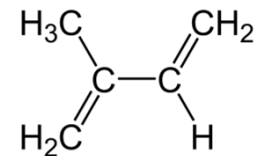
- Poliestirenoa: estirenoa
- Kautxoa: isoprenoa
- Tefloia: tetrafluoroetilenoa
- PVC (Polibinilo kloruroa): HCl



Binilo kloruroa



Tetrafluoroetilenoa

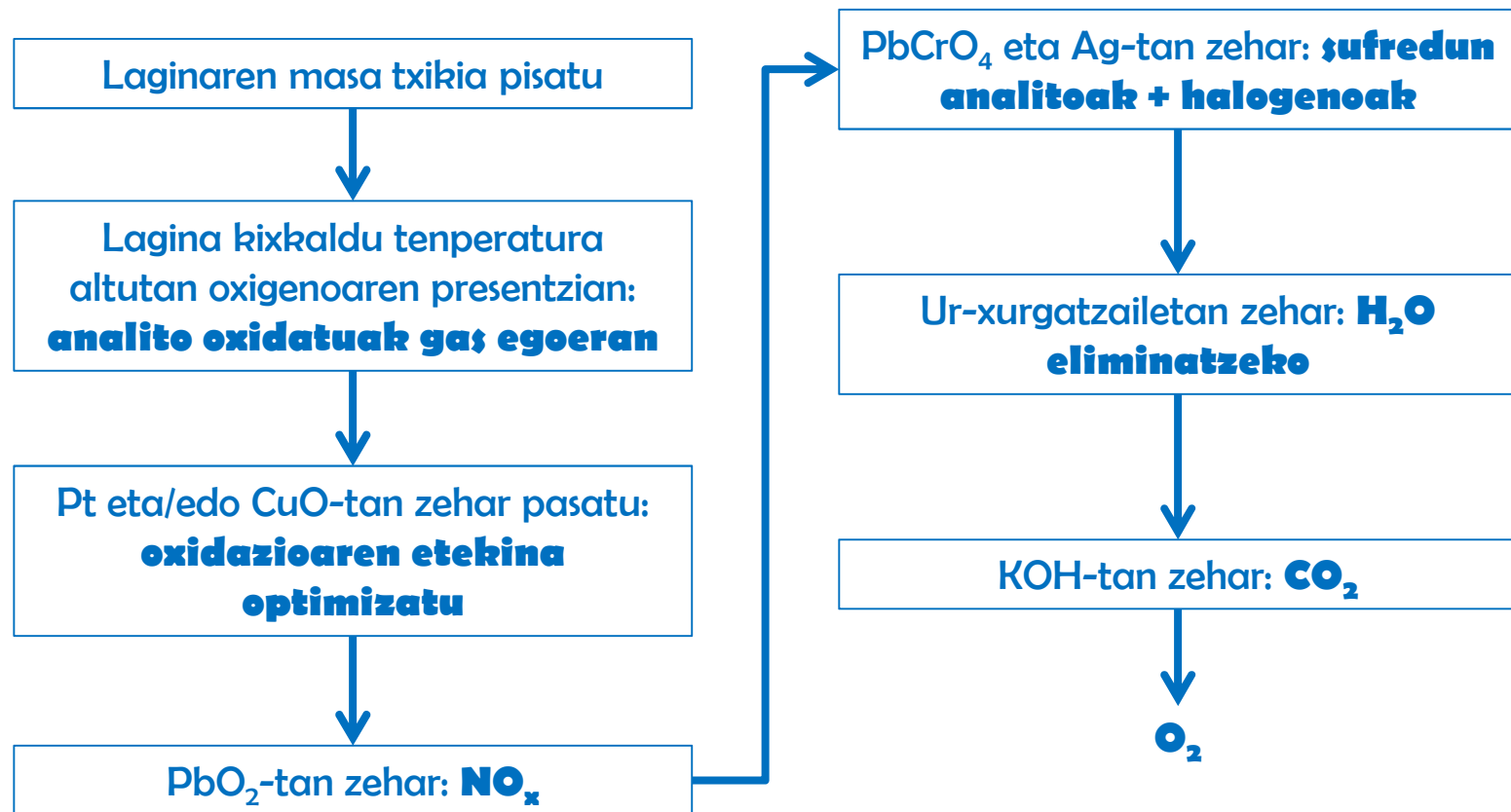


Isoprenoa

✓ Ikatzaren ekoizpena

Bide lehorra - Mineralizazioa

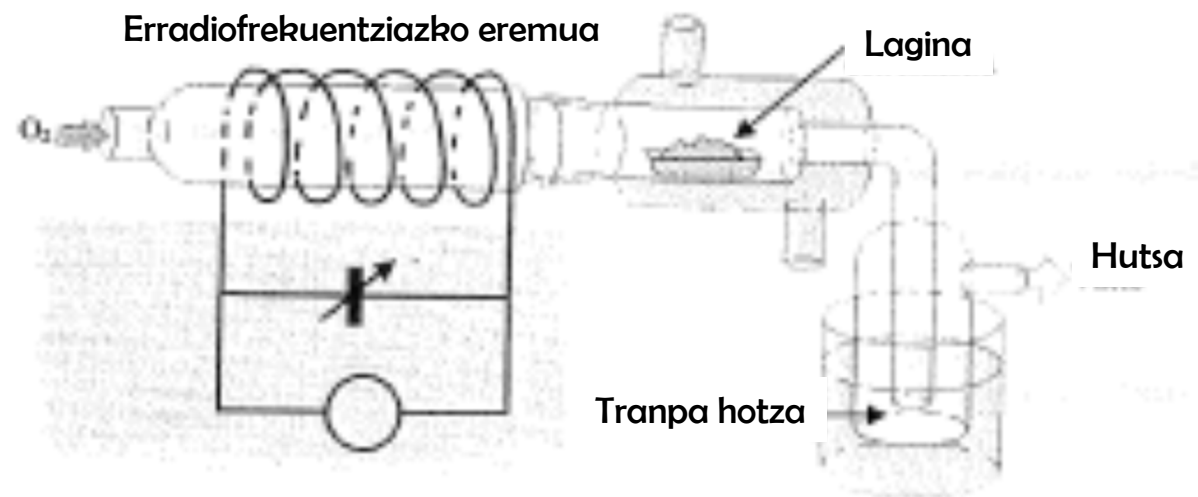
- **Errekuntza-hodiko teknika:** C, H, N, eta S-aren determinazioa



Analisisa: bolumetriak edo espektroskopia (IR, NMR,...)

Bide lehorra - Mineralizazioa

- **Temperatura baxuko errausketa**
 - Errausketa presio (5 mmHg) eta temperatura (120°C) baxuak:
 $\text{O}_2 \Rightarrow \text{O}$ erreaktiboa, O-zko plasma
 - Osagai lurrunkorren galera minimizatuta
 - Prozedura luzea
 - Tamaina txikiko laginak



Kasu partikularrak

- **Kjeldahl metodoa:** Errausketa (oxidazio) hezea
 - N-aren eduki osoa determinatzeko

lagin lehorra pisatu eta ontzian kokatu

+ H_2SO_4

+ K_2SO_4 (irakite-tenperatura \uparrow)

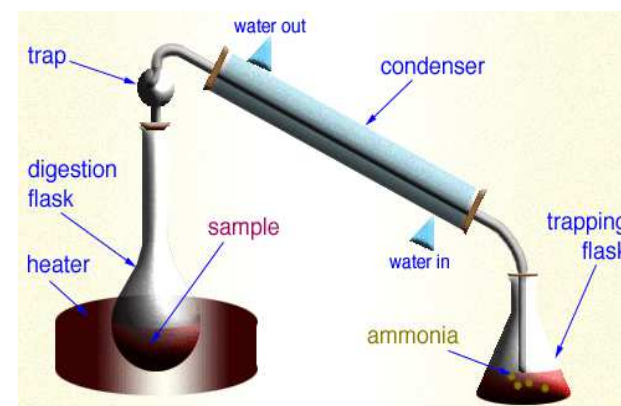
+ katalizatzailea (CuSO_4 , HgSO_4 edo SeO_2)

Laginaren N – NH_4^+

+ NaOH- NH_3 lurruna

+ ura – NH_4OH

Azido/base balorazio



Kasu partikularrak

- **Carius-en teknika**

- Lagin organikoetan dauden halogenoak (F izan ezik), As, Te, S, Sn, P, Hg eta B determinatzeko

Lagina pisatu Carius ontzi txikian



$\text{HNO}_3 + \text{AgNO}_3$ gehitu



Carius ontzia itxi eta berotu (3-6 ordu; $250\text{-}300^\circ$)



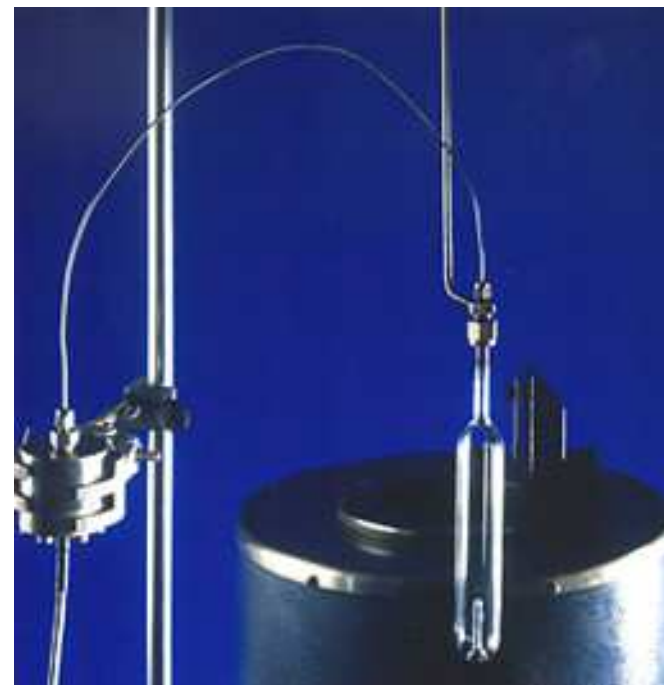
$X - \text{Organikoa} \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 + \text{X}_2$

$\text{X}_2 \xrightarrow{\text{AgNO}_3} 2 \text{AgX}$

$\text{X} : \text{Cl}, \text{Br}, \text{I}, \dots$



Carius ontzia zabaldu eta pisatu zilarrezko gatza



Espeziazioa

- Zenbait kasutan kontzentrazio osotik haruntza joan behar da: elementu batek lagin batean duen forma kimiko (espezie) bakoitzaren kontzentrazioa neurtu: **espeziatio-analisisa**
 - $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$; $\text{Cr}^{3+}/\text{Cr}^{6+}$; $\text{Hg}^{2+}/\text{MeHg}/\text{DMHg}$; MBT/DBT/TBT; As(ez-org)/As(org); ...
 - Espezie bakoitzak ezaugarri desberdinak (toxikotasuna)
 - Espezieek hasierako egitura kimikoa mantendu behar dute laginaren tratamenduan zehar
 - Kontzentrazio baxuak: sentikortasun altua