Nowoczesne Techniki Analityczne

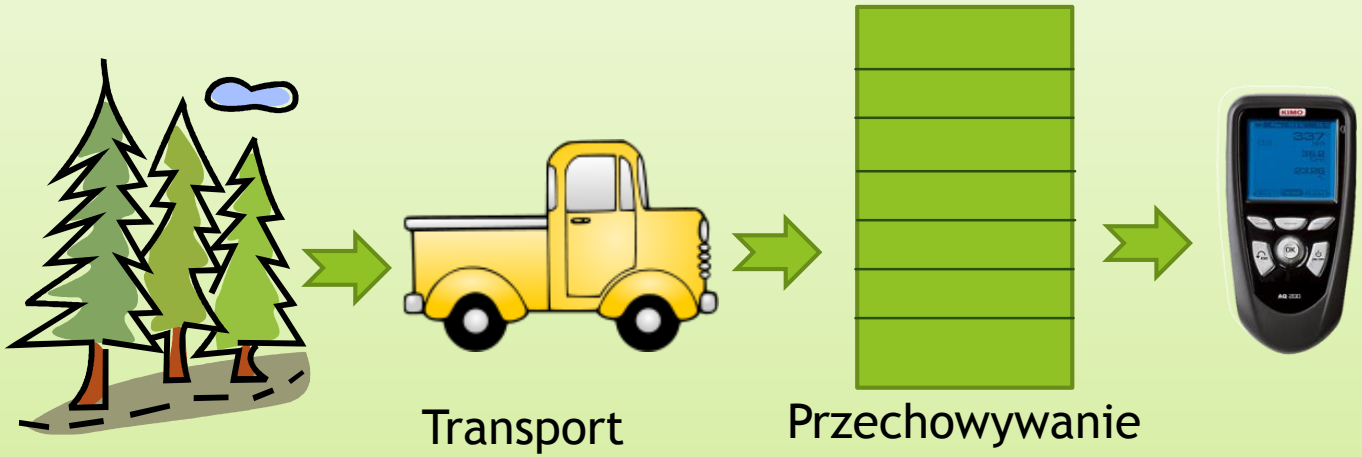
Field Analytical Chemistry FAC

Analityka Polowa

Analityka polowa

Istotą analityki polowej jest wykonywanie pomiaru w miejscu gdzie znajduje się analit

Klasyczne metody analiz chemicznych



Transport

Przechowywanie

Analityka polowa

Podstawowym problemem klasycznych metod analitycznych jest czas pomiędzy pobraniem próbki, a wykonaniem analizy

- ratowanie zdrowia i życia

- ocena skażeń

- niezawodność produktów

Analityka polowa

Obniżenie kosztów analizy

- bez kosztów transportu i składowania próbki

- brak kosztów konserwowania i pakowania próbek

- minimalizacja ilości próbek (normalnie większa ilość próbek, aby uniknąć ominięcia „hot spots”)

Analityka polowa

Przenośny system GC-MS

Wymagania stawiane systemom polowym

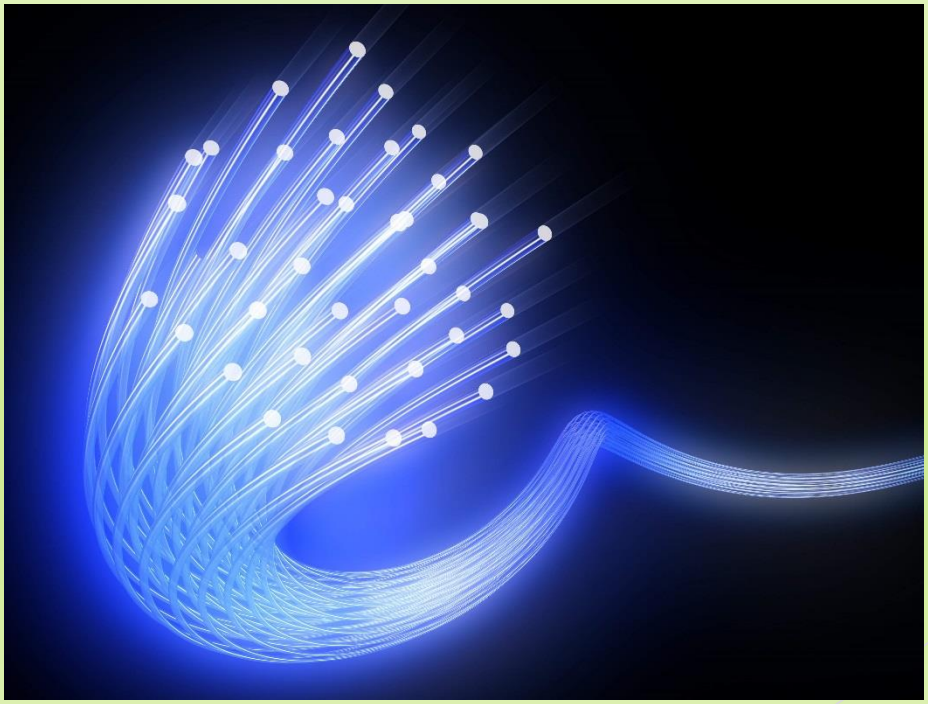
- brak lub krótki czas przygotowania próbki
- niska konsumpcja energii (baterie), gazu, rozpuszczalników
- szybki czas odpowiedzi
- możliwość pracy w warunkach polowych
- zabezpieczenie przed uszkodzeniami
- łatwość obsługi
- niewielkie rozmiary i waga

Nowoczesne technologie w urządzeniach przenośnych

- światłowody – kwarc, szkło, plastik (UV, Vis, IR)

- wyświetlacze dotykowe – trwałość, praca w różnym oświetleniu, panele dotykowe

- diody LED – źródło światła i detektor



Analityka polowa

Główne obszary zastosowań urządzeń przenośnych

Medycyna
Point-of-care
Testy krwi, moczu glukozy

Analityka środowiskowa
Woda
Gleba
Powietrze

Obronność
GC-MS

Główne grupy urządzeń przenośnych

Chromatografia gazowa

Sensory elektrochemiczne
Potencjometryczne
Amperometryczne
Konduktometryczne

Spektroskopia
NIR
FTIR
Raman

Sensory chemiczne
Gazowe
Biosensory

Parametry:
- Selektywność
- Czas odpowiedzi
- DL
- Czas życia (O_2)
- Stabilność

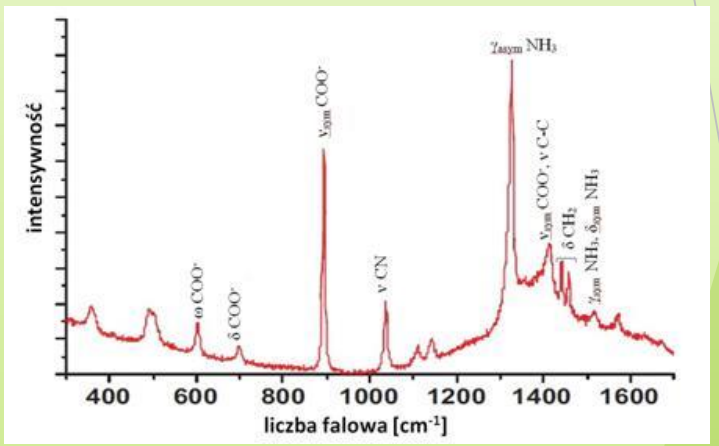
Przykłady zminiaturyzowanych urządzeń analitycznych

Podręczny analizator **ramanowski** firmy Thermo Scientific - TruScan RM

Oznaczanie substancji pomocniczych w lekach

Analiza nieniszcząca

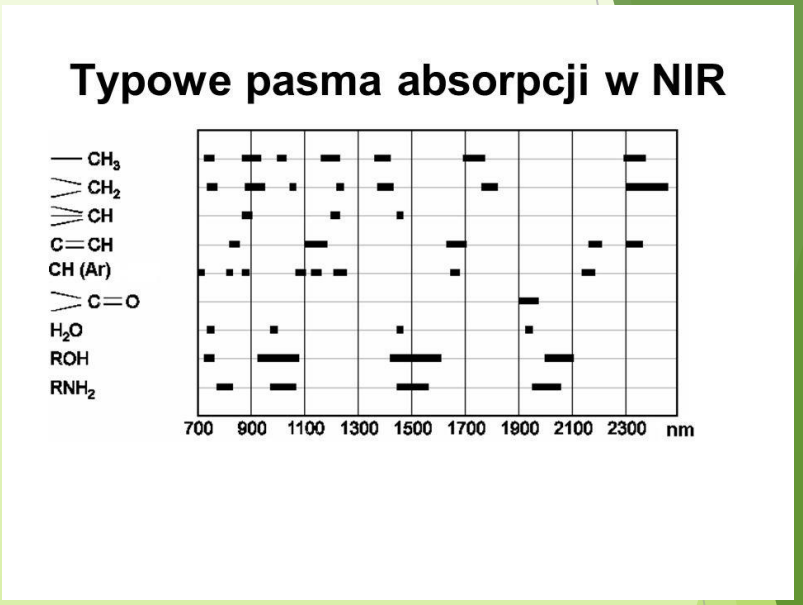
Wynik po kilku minutach



Interakcja promieniowania i cząsteczki

Rozróżnia się rozpraszanie światła:
• sprężyste (Rayleigh'a) - podczas rozpraszania nie następuje zmiana energii (częstotliwości) światła
• niesprężyste (Ramana) - podczas rozpraszania zmienia się energia (częstotliwość) światła.

Analizator MicroPHAZIR Rx



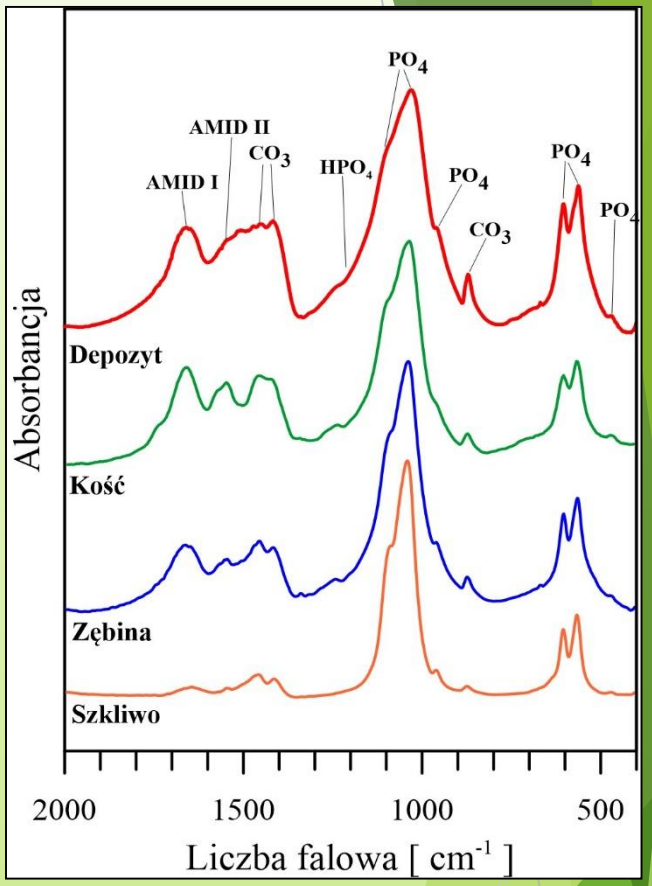
Podręczny system **NIR** do analizy substancji chemicznych.

Rozpoznanie wiązań chemicznych w badanej próbce

Badanie poprzez opakowanie

Promieniowanie elektromagnetyczne z zakresu IR ma częstotliwość zbliżoną do częstotliwości drgań cząsteczek.

Analizator FT-IR TruDefender



Analiza substancji chemicznych

Zakres spektralny 650–4000cm^{-1}

Mobilny analizator GC/MS Griffin 460

Griffin 460 potwierdzanie obecności:
materiałów wybuchowych,
broni chemicznej,
narkotyków

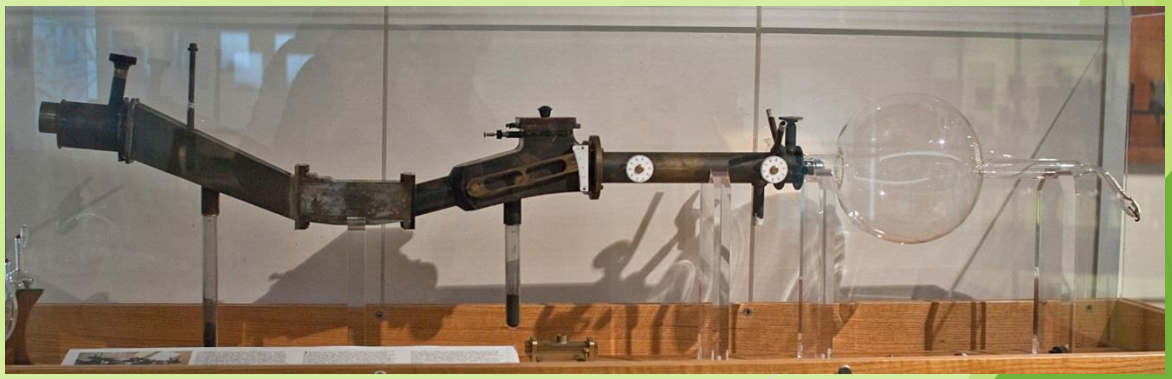
Przystosowany do zamocowania przenośnego Griffin X-Sorber™

Wprowadzanie próbki
- bezpośredni nastrzyk
-mikroekstrakcja do fazy stałej SPME
- headspace Sampler (opcjonalnie)

Chemical Emergencies, Environmental Monitoring, Demilitarisation - VIKING 573

GC-MS

Przenośny system
szybka analityka
np. miejsca skażeń



Joseph John Thomson ok. 1900r

Tridion-9 jest jednym z najszybszych i najlżejszych przenośnych spektrometrów masowych sprzężonych z chromatografią gazową

Moduł **CLAIRION™** do pobierania próbek powietrza zwiększa możliwości wykorzystania podręcznego analizatora GC-MS Tridion-9. Rodzina produktów CLAIRION zawiera podręczną, zasilaną bateryjnie pompę oraz tradycyjny system sorbujący CUSTODION typu “Needle Trap”. Pompa pozwala na ustawienie przepływu w zakresie 100 mL/min do 5 L/min przy zastosowaniu modułu sorbującego CUSTODION™-CT (Conventional Traps) oraz 5-15 mL/min przy zastosowaniu CUSTODION™-NT (Needle Traps). Moduł pozwala na pracę do 27 godzin na jednym naładowaniu baterii przy ustawieniu przepływu na 1 L/min.

Testo 340 - analizator spalin

Analizator spalin Testo 340 z celą O2 (dodatkowa cela CO lub NO jest niezbędna do pracy urządzenia), w standardzie wbudowany akumulator Li-Ion oraz certyfikat kalibracyjny

Korzyści:

Analizator posiada możliwość pracy z maksymalnie 4 sensorami (do wyboru): O_2, CO, COniskie NO, NOniskie, NO_2, SO_2

Testowany przez TUV zgodnie z normą EN 50379, cz. 1-3

5-cio krotne rozszerzenie zakresu pomiarowego dla wybranego sensora

TESTO
Elektroniczne detektory nieszczelności gazowych

Wykrywa CH_4 C_3H_8

TESTO Detektor 316-4 (CFC)

Amperometryczny czujnik tlenu

Dane techniczne - Czujnik InPro6900i G	
Dokładność	≤ ± [1% +50 ppm]
Measuring pressure resistance	0.2 to 9 bar (2.9 to 130 psi absolute)
Operating range	50 ppm to 60 Vol-% O2
90% response time at 25°C (77°F)	≤ 20 s (N2®15 Vol-% O2)
Measuring principle	Polarographic Clark electrode
Sensor body	316L stainless steel or C22 (titanium on request)
Membrane material	PTFE /Silicone (reinforced with steel mesh)
O-ring material	Silicone or Kalrez®
Mechaniczna odporność na ciśnienie	Maximum 12 bar (174 psi absolute)
Certificates	Quality certificate, EHEDG, FDA/USP Class VI, 3.1, N5/Ra16, ATEX: EEx II 1/2 GD IIC T6/T5/T4/T3, FM: IS Cl. I,II, III, Div1, GR ABCDEFG/T6

Amperometryczny czujnik dwutlenku chloru

Czas odpowiedzi	90 % mniej niż 90 sekund
Dokładność	5 % lub ±10 ppb ClO2, zależnie od tego, która wartość jest większa
Interwał kalibracji	2 miesięcy
Interwał konserwacji	6 miesięcy wymiana membran i elektrolitu (kuweta pomiarowa)
Interwał pomiarowy	ciągły
Kompensacja temperatury	Automatyczna
Limit detekcji	0.01 mg/L ClO_2
Metoda kalibracji	Kalibracja zero: elektrycznie lub z wodą niezawierającą ozonu Kalibracja: Porównanie metod laboratoryjnych z próbką procesową
Przepływ	14 L/h (200 to 250 mL/min) regulowany automatycznie przez kuwetę przepływową
Styl montażu	Na płaszczyźnie pionowej (panel, stojak itp..)
Temperatura próbki	2 - 45 °C (35.6-113 F)
Waga	6.5 kg
Warunki przechowywania	-20 °C - 60 °C
Wejście próbki	0.25 " średnica zewnętrzna
Wilgotność względna	0 - 90 % nie kondensuje
Wyjście próbki	0.5 " średnica wewnętrzna
Zakres ciśnienia	0.1 - 2 bar w kuwecie przepływowej
Zakres operacyjny temperatury	0 - 45 °C
Zakresy pomiarowe	0 - 2 mg/L (ppm) jako dwutlenek chloru (cLO2)
Zakłócenia	Brak zakłóceń wywoływanych przez brom, chlor, dwutlenek chloru, chloraminę, nadtlenek wodoru
Zasada pomiarowa	Amperometryczny/Membranowy (elektroda, membrana, elektrolit)

pH metry
(potencjometryczne)

pH-metr przenośny

Elektrody jonoselektywne
(potencjometryczne)

Elektrody

Jonometr przenośny

HACH LANGE Polska - 9187 sc | 86
wtw.pl/oferta-plik/86
Strona: 1 z 2
Skala automatyczna

elektrody odniesienia (wyjątek: elektroda amonowa NH 500/2 jest już zespolona).

Elektrody pomiarowe z serii 500

Typ elektrody	Membrana①	Oznaczane jony	Elektroda pomiarowa, elektroda odniesienia		Zakres pomiarowy	Elektrolit odniesienia	Roztwory stabilizujące	Standardy (stężenie 10 g/l)	zakres pH
Amonowa (NH_4^+)		amonowy	NH 500/2①	—	0,02...900 mg/l 10^{-6}...5 x 10^{-2} mol/l	—	MZ/NH_3/CN	ES/NH_4	4-12
Azotanowa (NO_3^-)②	L	azotanowy	NO 500①	R 503/P (2 mm wtyk pinowy) lub R 503 D (4 mm wtyczka bananowa)	0,4...62000 mg/l 7 x 10^{-6}...1 mol/l	ELY/BR/503/N	TISAB/NO_3	ES/NO_3	2,5-11
Bromkowa (Br^-)	S	bromkowy	Br 500		0,4...79000 mg/l 5 x 10^{-6}...1 mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	ES/Br	1-12
Chlorkowa (Cl^-)	S	chlorkowy	Cl 500		2...35000 mg/l 5 x 10^{-5}...1 mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	ES/Cl	2-12
Cyjankowa (CN^-)②	S	cyjankowy	CN 500		0,2...260 mg/l 8 x 10^{-6}...10^{-2} mol/l	ELY/BR/503	MZ/NH_3/CN	—	0-14
Fluorkowa (F^-)	S	fluorkowy, glinowy, fosforanowy②, litowy②	F 500		0,02...nas. mg/l 10^{-6}...nas. mol/l	ELY/BR/503	TISAB	ES/F	5-7
Jodkowa (I^-)	S	jodkowy, rtęciowy, tiosiarczanowy	I 500		0,006...127000 mg/l 10 x 10^{-8}...1 mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	ES/I	0-14
Kadmowa (Cd^{2+})	S	kadmowy	Cd 500		0,01...11000 mg/l 10^{-7}...10^{-1} mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	—	2-8
Miedziowa (Cu^{2+})	S	miedziowy, niklowy②	Cu 500		0,0006...6400 mg/l 10^{-8}...10^{-1} mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	ES/Cu	2-6
Wapniowa (Ca^{2+})	L	wapniowy, magnezowy②	Ca 500①		0,02...40000 mg/l 5 x 10^{-7}...1 mol/l	ELY/BR/503	ISA/Ca	ES/Ca	2,5-11
Ołowiowa (Pb^{2+})	S	ołowiowy	Pb 500		0,2...20000 mg/l 10^{-6}...10^{-1} mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	ES/Pb	4-7
Potasowa (K^+)③	L	potasowy	K 500①		0,04...39000 mg/l 10^{-6}...1 mol/l	ELY/BR/503/K	ISA/K	ES/K	2-12
Siarczkowa (S^{2-})③	S	siarczkowy	Ag/S 500		0,003...32000 mg/l 10^{-7}...1 mol/l	ELY/BR/503	④	—	2-12
Sodowa (Na^+)③	G	sodowy	DX 223 NA		0,05...23000 mg/l 2 x 10^{-6}...1 mol/l	–	ISA/Na	ES/Na	>10
Srebrowa (Ag^+)③	S	srebrowy	Ag/S 500		0,01...108000 mg/l 10^{-7}...1 mol/l	ELY/BR/503	ISA/FK	—	2-12

① Wymienna główka pomiarowa
② S = monolityczna, L = matrycowa, G = szklana
③ Miareczkowanie
④ Przygotowanie zgodnie z instrukcją obsługi
⑤ Receptury na dodatkowe roztwory podane są w raportach i instrukcjach obsługi

Informacje do zamówień elektrod jonoselektywnych oraz wyposażenia dostępne na zapytanie.

WTW Pomiarowy i Analityczny Sprzęt Techniczny Sp. z o. o., ul. Rogowska 5, 54-440 Wrocław, info@wtw.pl, Tel. 71/353 92 13, Fax 71/353 92 15

WTW

10:05
2014-06-03

Biologiczne zapotrzebowanie na tlen

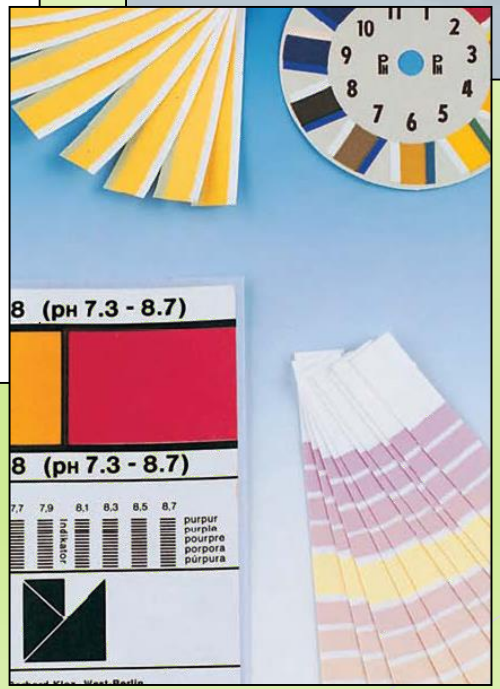
Nadaje się do:
- BZT
- biologicznego rozkładu
- zużycia tlenu
- oddychania gleby, AT4
- biogazu

Pomiar potencjału redox

Pomiary Redox mają zastosowanie wszędzie tam, gdzie można śledzić przebieg reakcji chemicznych. W praktyce pomiar ten wykorzystywany jest np. do kontroli procesu denitryfikacji ścieków (oznaczenie punktu załamania potencjału Redox), nadzorowania efektu dezynfekcji środków czyszczących oraz detoksykacji kąpieli galwanicznych.

IOS: potencjał Redox >200mV => emisja Hg^0

Paski testowe



Zestawy testowe

System Reflectoquant® Merc

Zestawy testowe

Azotany test do RQeasy Metoda reflektometryczna 5 - 250 mg/l NO_3^- Reflectoquant®

Azotyny test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi 0.03 - 1.00 g/l NO_2^- Reflectoquant®

Azotyny test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi 0.5 - 25.0 mg/l NO_2^- Reflectoquant®

Chlor test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi i odczynnikiem 0.5 - 10.0 mg/l Cl_2 Reflectoquant®

Cukier całkowity (glukoza i fruktoza) test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi i odczynnikiem 65 - 650 mg/l Reflectoquant®

Formaldehyd test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi i odczynnikiem 1.0 - 45.0 mg/l HCHO Reflectoquant®

Fosforany test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi i odczynnikiem 5 - 120 mg/l PO_4^{3-} Reflectoquant®

Zestawy testowe

Amoniak test Metoda: reflektometryczna 5.0 - 20.0 mg/l NH_4^+ Reflectoquant®

Amoniak test Metoda: reflektometryczna 20 - 180 mg/l NH_4^+ Reflectoquant®

Amoniak test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi i odczynnikami 0.2 - 7.0 mg/l NH_4^+ Reflectoquant®

Azotany test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi 3 - 90 mg/l NO_3^- Reflectoquant®

Azotany test metoda: reflektometryczna z paskami testowymi 5 - 225 mg/l NO_3^- Reflectoquant®

W SUMIE PONAD 50 TESTÓW

Aparatura do analizy moczu Macherey-Nagel

Wydajność: 400 pasków/godz.

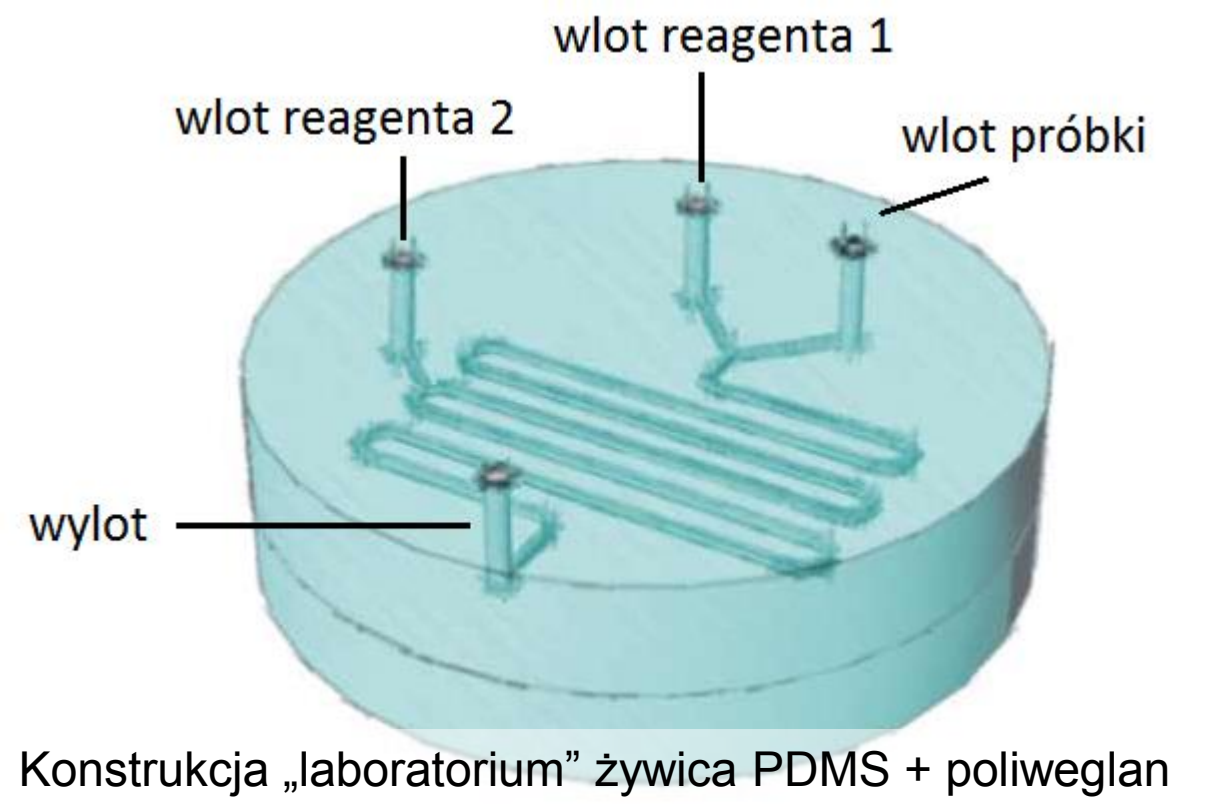
Pomiar 10 parametrów

Zestaw walizkowy HEINZ 5 STEP™

Advanced Testing Capabilities

– Specific Nitrate / Nitrite Ion Screening
– Peroxide Ion Testing
– Metal Cation Analysis (ionic compounds)
– Determination of chloride / Iodide Ion Presence
– Detection of Sulfide and Sulfate Ions
– Detection of Chlorinated Hydrocarbons
– Determination of Ammonium Ion Presence
– Determination of Cyanide Ion Presence
– Specific Acid and Concentration Tests
– Nerve Agent Screening (WMD)

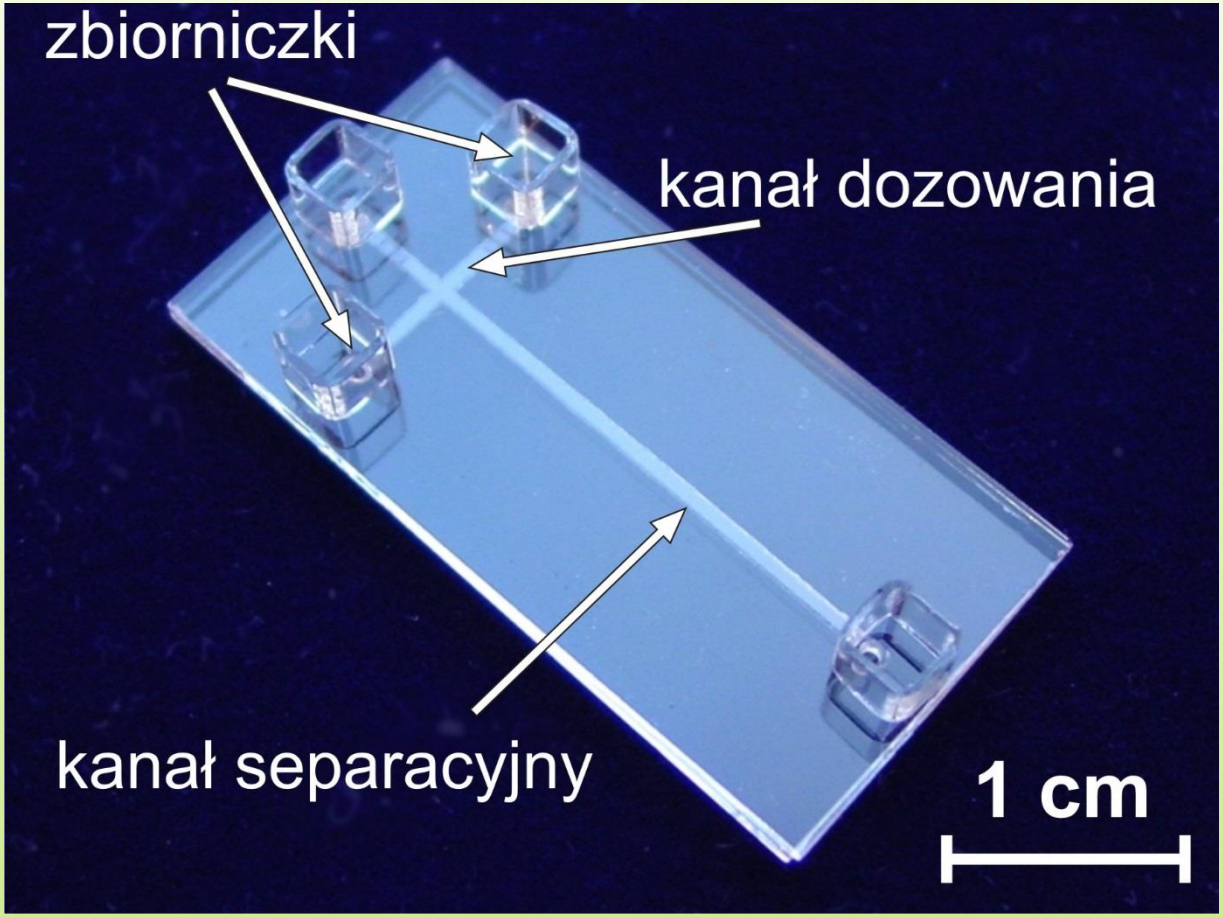
Laboratorium na chipie



Konstrukcja „laboratorium” żywica PDMS + poliweglan

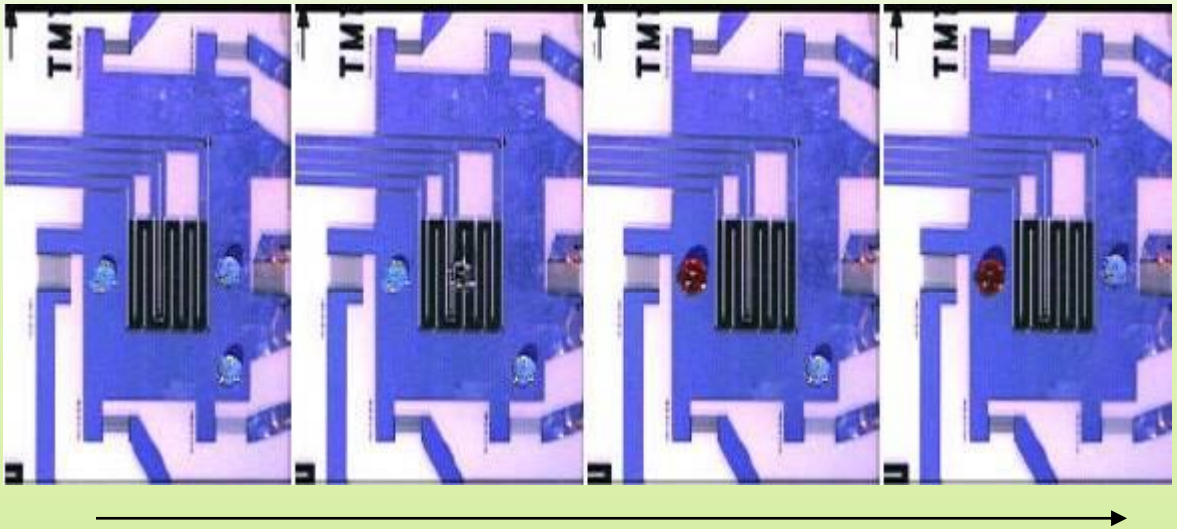
Możliwość zastosowania rozpuszczalników takich jak:
Woda, aceton, metanol – brak pęcznienia PDMS

Laboratorium na chipie



Rozdział z wykorzystaniem technik elektroforetycznych oraz detekcję DNA wysokoczułą metodą fluorymetryczną

Laboratorium na chipie



Sterowanie ruchem cieczy za pomocą mikrodrgań

Laboratorium na chipie

„Chip zdrowia”- możliwość wykrycia 8 różnych infekcji

Mobilne laboratoria

Podstawowe operacje w laboratorium

Mycie naczyń

- gorąca woda + detergent (do szkła laboratoryjnego)
- przemywanie wodą redestylowaną/dejonizowaną
- przemywanie kwasem HNO_3 (1:5) + woda dejonizowana
- nie suszyć (możliwość kontaminacji)
- na dobrze umytym szkle brak kropli wody
- szkło do oznaczania MeHg wyprażanie w 600^0C

Filtracja

Roztwór rzeczywisty – wlk. cząstek poniżej 1nm

Roztwór koloidalny – wlk. cząstek poniżej 1-200nm

Zawiesina – wlk. cząstek powyżej 200nm

Filtracja – przepuszczenie mieszaniny przez ciało porowate o odpowiedniej wielkości porów

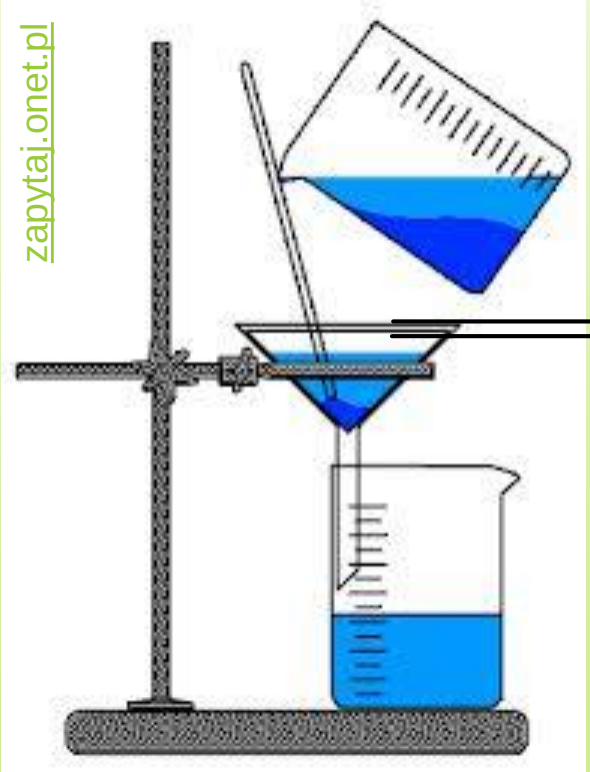
Osady drobnokrystaliczne

Osady grubokrystaliczne

Osady galaretowate

Filtracja

Rozdzielanie mieszanin

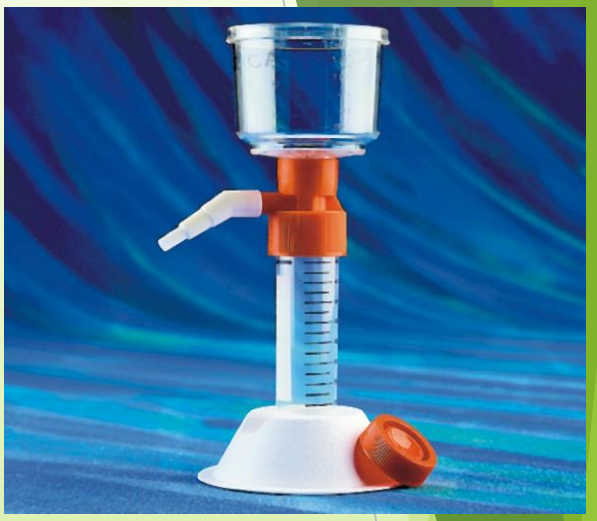


max. 0.5mm

Przemywanie osadu na sączku
- kilka małych porcji rozpuszczalnika
- kontrola przesączu

Typowy zestaw do sączenia

Filtracja pod zmniejszonym ciśnieniem

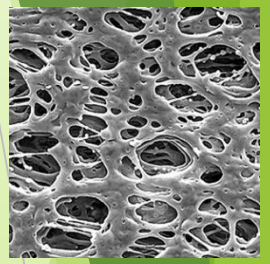


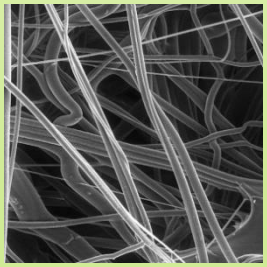
Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem

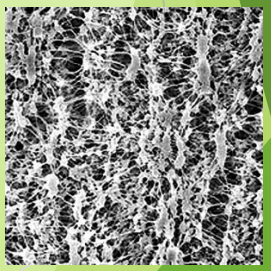
Filtracja pod zmniejszonym ciśnieniem

Typy membran:

- poliaryloeterosulfon
- octan celulozy
- azotan celulozy
- nylon
- PTFE
- PP







Filtr węglowy – filtracja rozpuszczalników organicznych

Ważenie

Ważenie - wagi

Waga analityczna

Nośność – do 200g

Czułość – do 0.1mg

Waga półmikroanalityczna

Nośność – do 30g

Czułość – do 0.01mg

Waga mikroanalityczna

Nośność – do 3g

Czułość – do 0.001mg

Ważenie

Waga techniczna

Nośność – do 500g

Czułość – do 1mg

Pokój wagowy

Stół wagowy

Mikrowaga kwarcowa

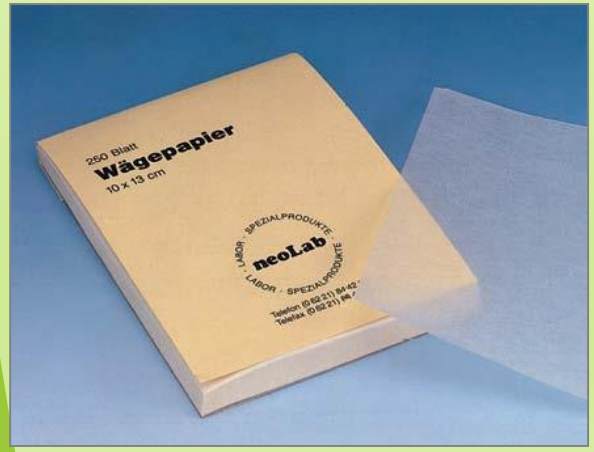
Ważenie

Ważenie - wyposażenie

Naczyńko wagowe

Łódeczki wagowe

Szufelka wagowa



Papierek wagowy

Pędzelek wagowy

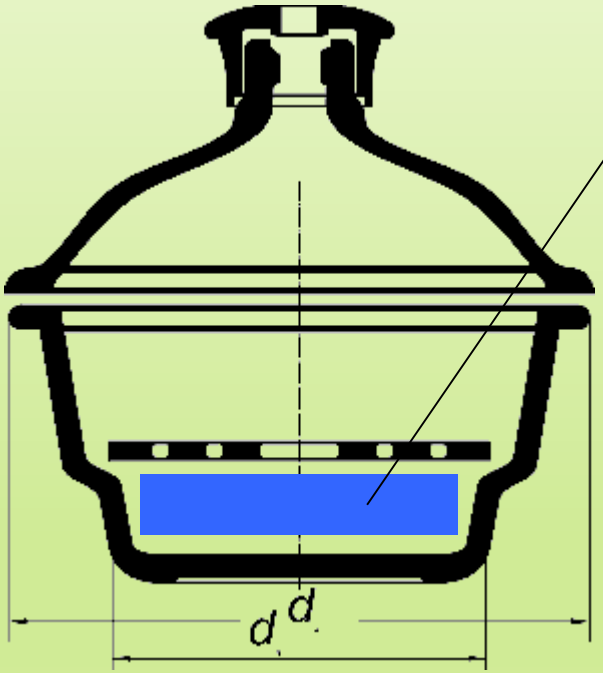
Łyżeczka wagowa

Ważenie

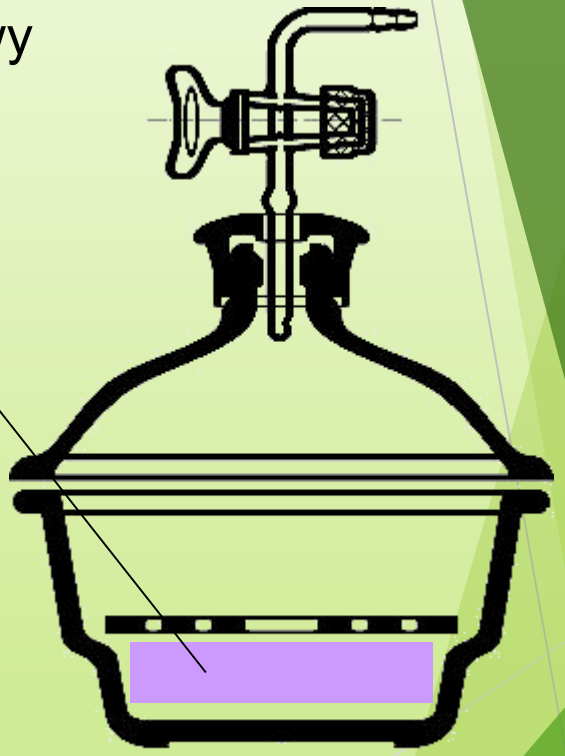
Ważenie – suszenie substancji

Żel krzemionkowy

Co



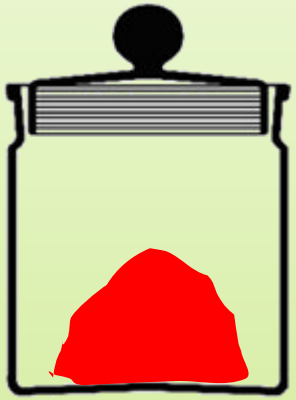
Eksykator zwykły



Eksykator próżniowy

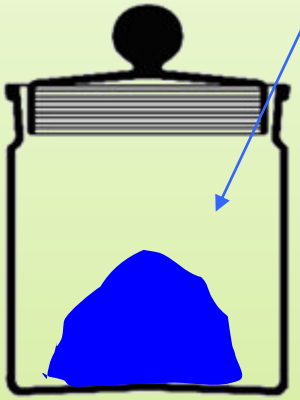
Ważenie

Ważenie higroskopijnych substancji stałych

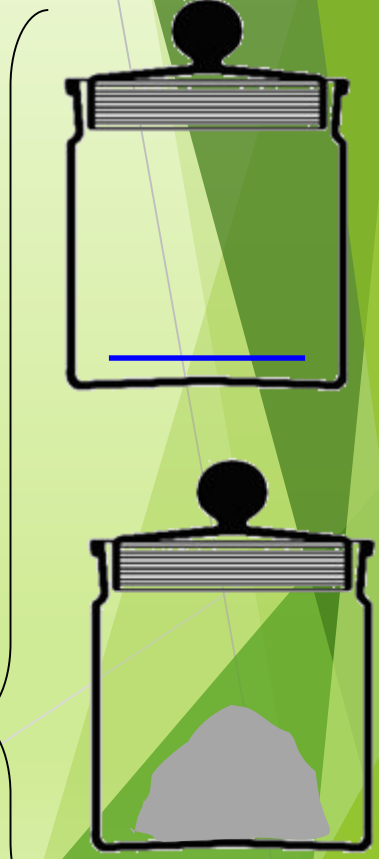


1. Wysuszyć w 105-110^{0}C

2. Ostudzić



3. Wpuścić powietrze



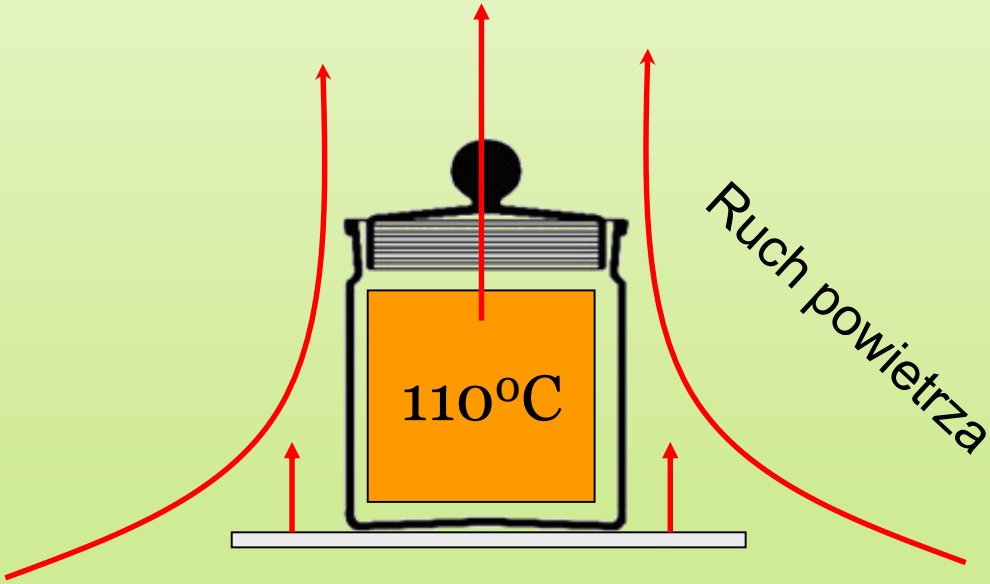
4. Przesypać. Masę substancji obliczyć z różnicy mas naczyniek

Ważenie

Podstawowe błędy

Wpływ temperatury

Mniejsza gęstość powietrza

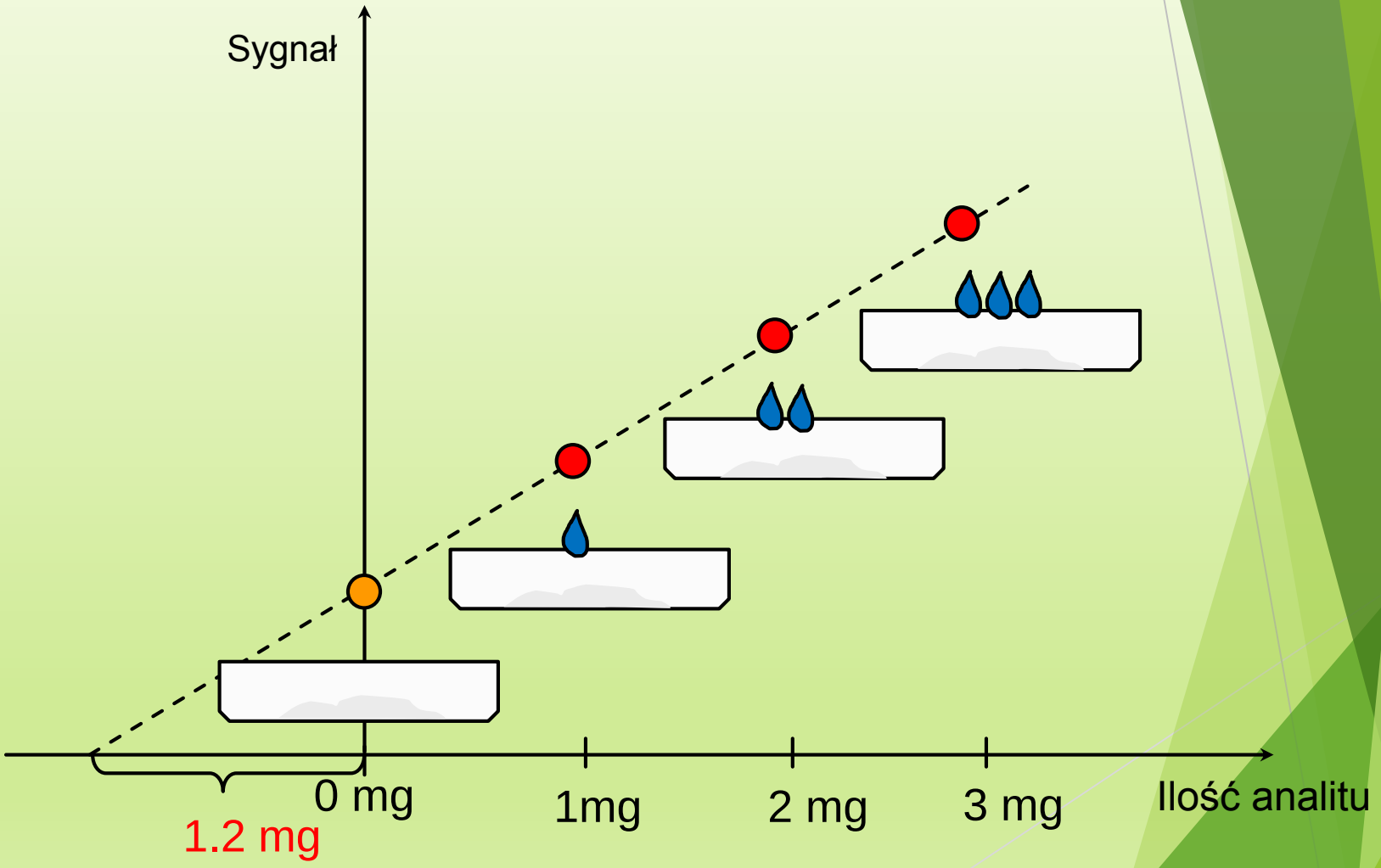


Brak schłodzenia substancji ważonej - mniejsza masa

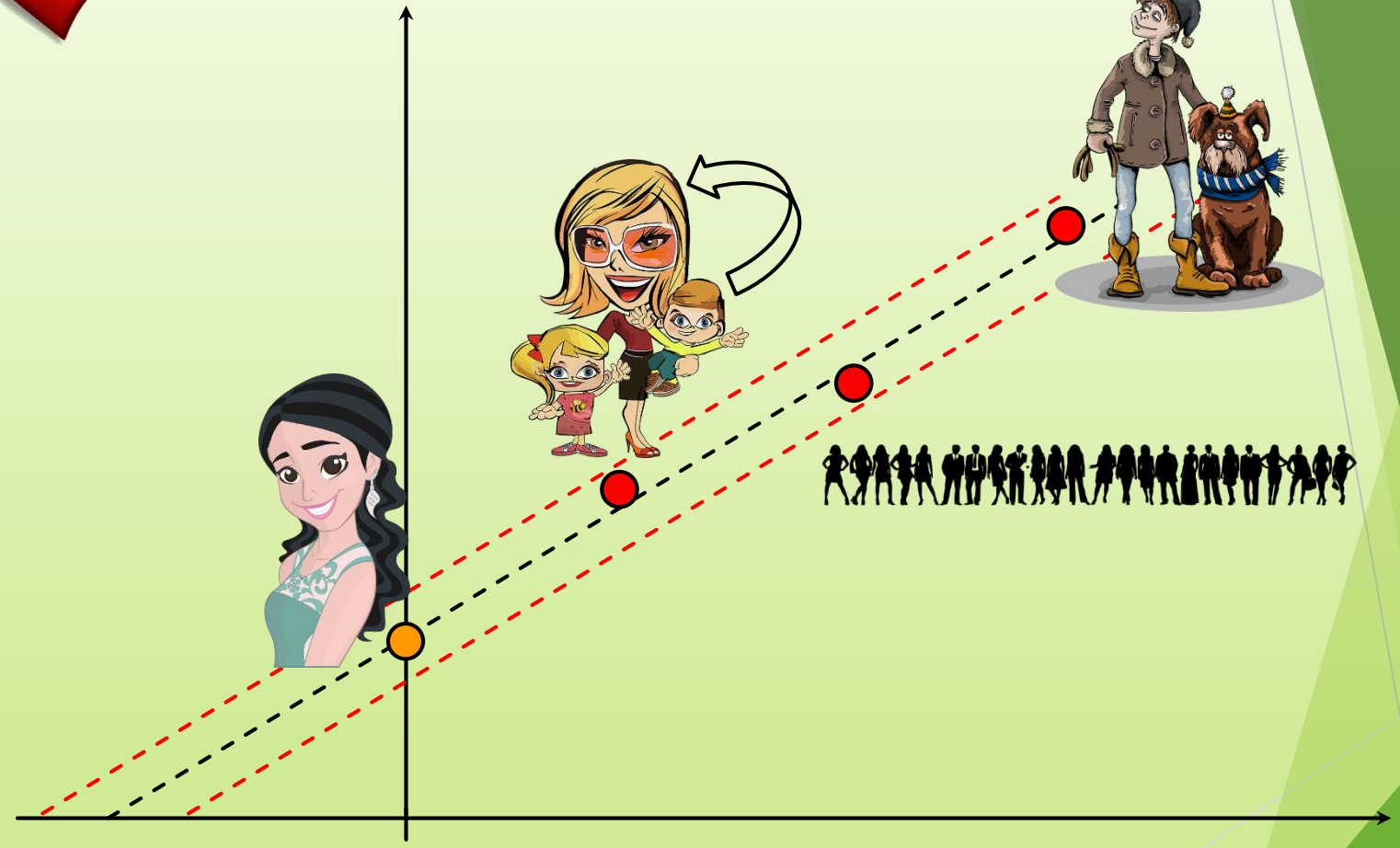
Dotykanie naczyńka

Większa masa

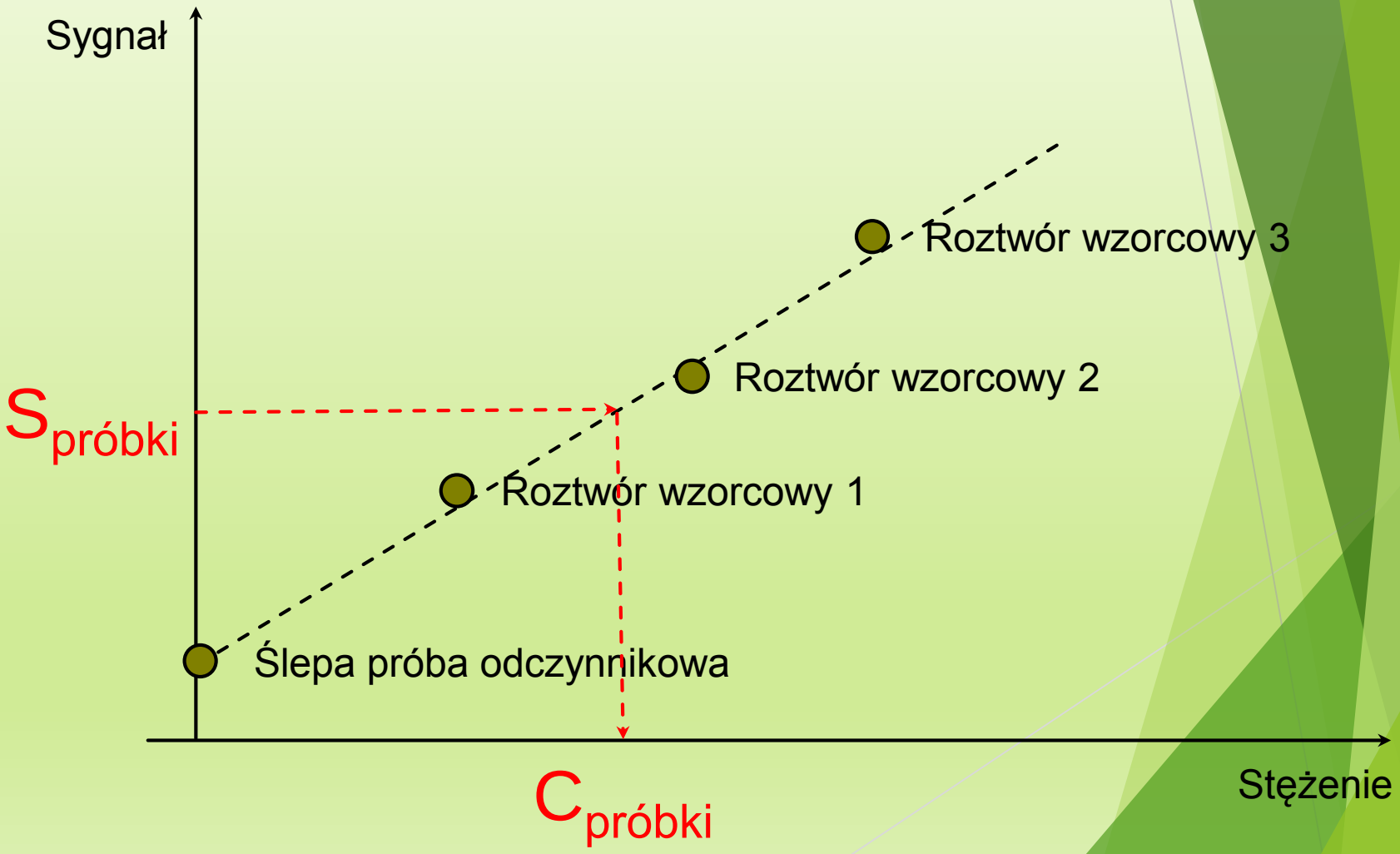
Metoda dodatku wzorca



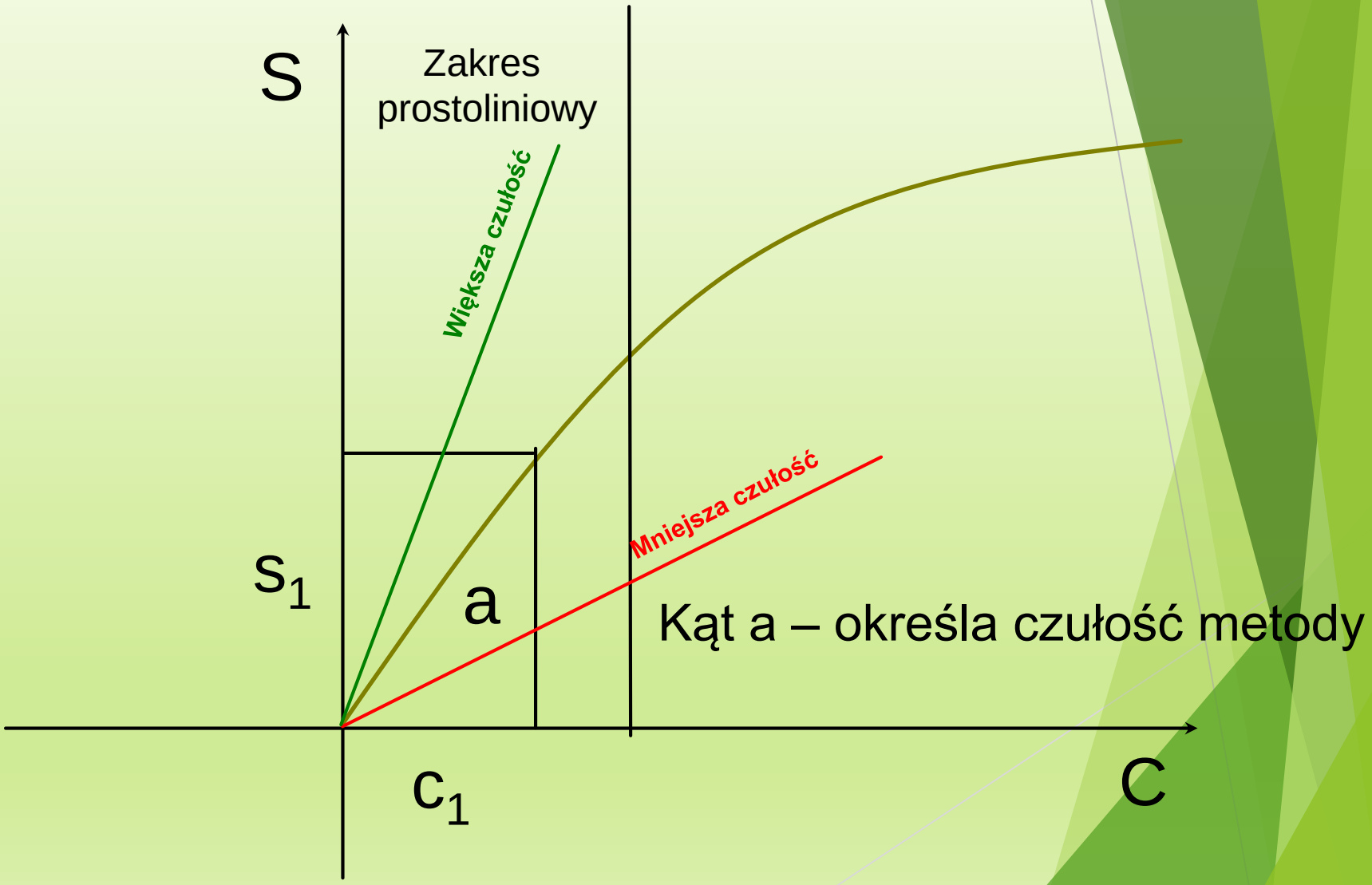
Metoda dodatku wzorca



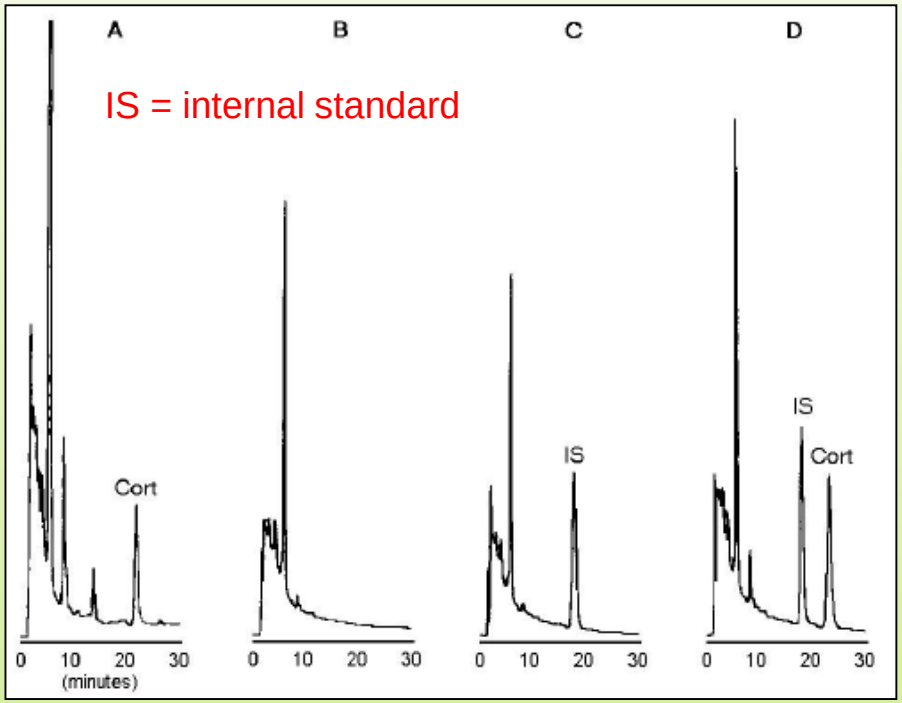
Metoda prostej/krzywej kalibracyjnej



Metoda dodatku wzorca
Metoda prostej kalibracyjnej



Dodawanie wzorca wewnętrznego



Cel zastosowania

Błędy dozowanie

Straty (ekstrakcja)

Rozpuszczanie w ul

Wzorzec wewnętrzny:

- własności max. zbliżone do analitu (izotop)
- brak w próbce
- trwałość
- ilość porównywalna z analitem w próbce

$$\frac{m_{próbka}}{m_{wzorzec}} = f\frac{h_{próbka}}{h_{wzorzec}}$$

Rozcieńczanie próbki

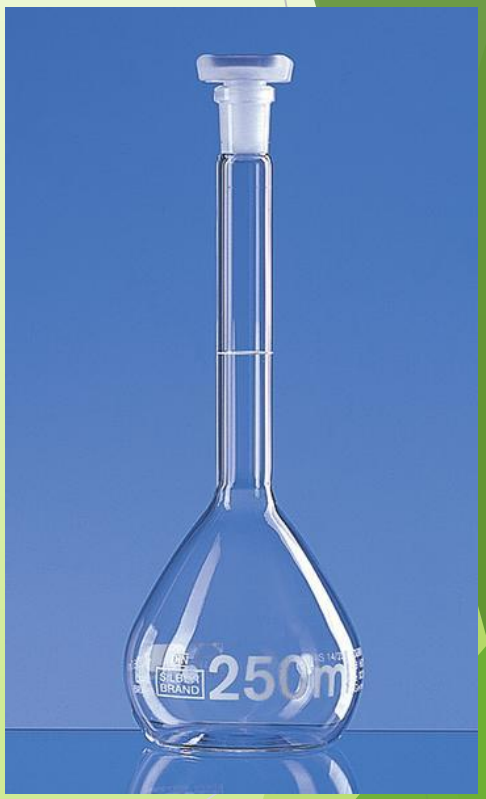
Dokładne odmierzanie objętości próbki

Pipeta

WYLEW

Biureta

WYLEW



Kolba miarowa

WLEW

Rozcieńczanie próbki

Dokładne odmierzanie objętości

Pipeta elektroniczna

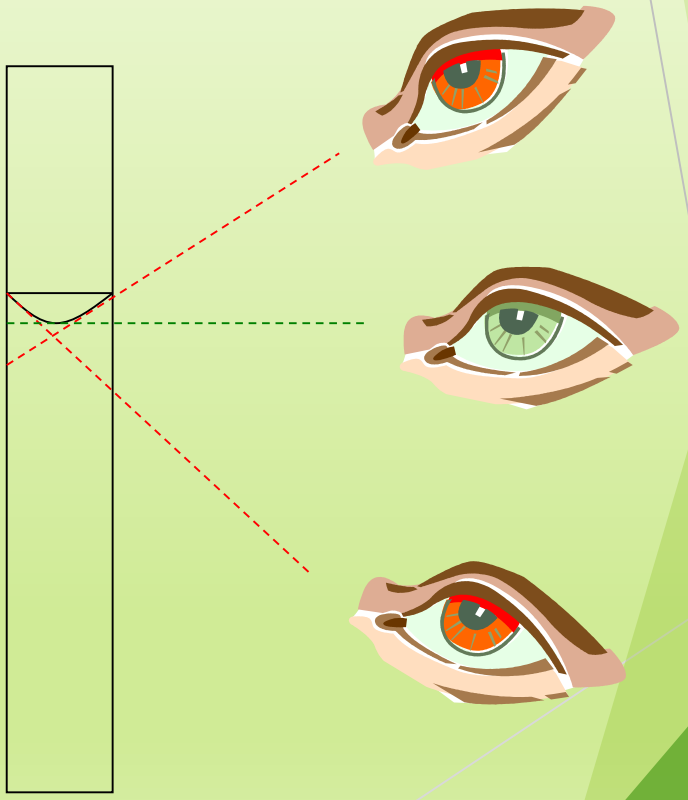
Rozcieńczanie próbki

Dokładne odmierzanie objętości próbki

Błąd paralaksy

Ciecze bezbarwne
dolny menisk

Ciecze barwne
górny menisk



Rozcieńczanie próbki

Dokładne odmierzanie objętości próbki

Wpływ temperatury na objętość

Współczynnik rozszerzalności roztworów rozcieńczonych wynosi:
0.025% / 1^{0}C

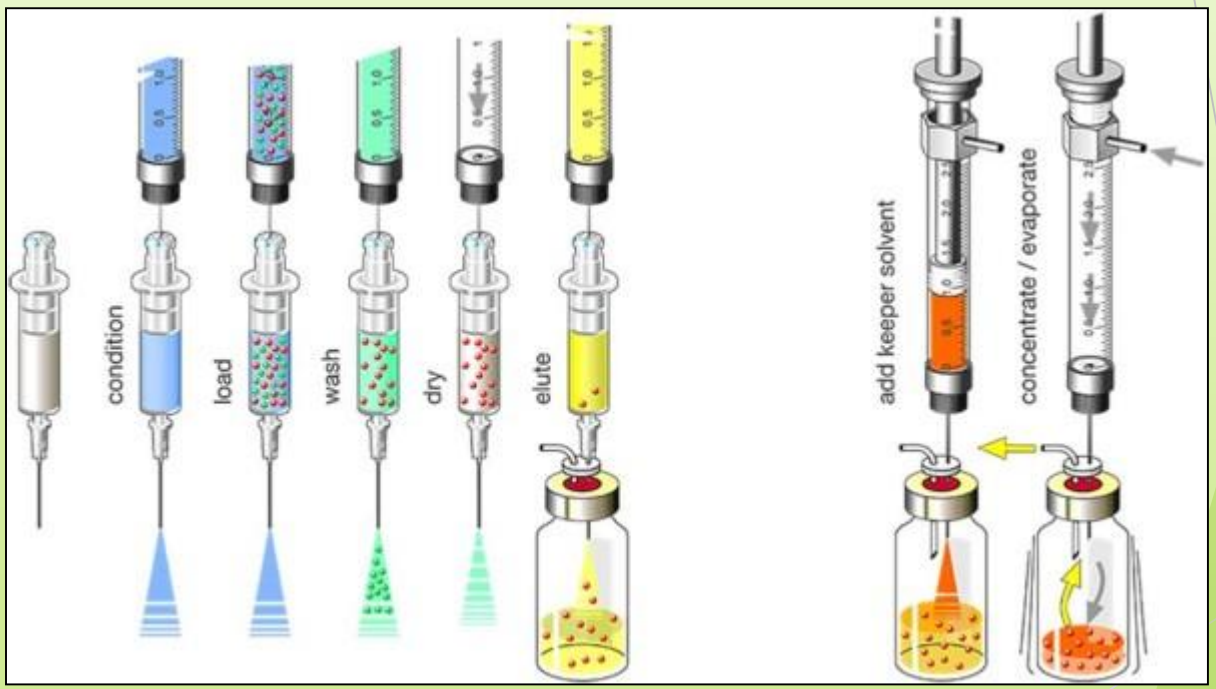
Różnica obj. 1 dm^3 roztworu pomiędzy 5^{0}C, a 20^{0}C wynosi:
1000cm^{3}x(20-5)x0.00025=3,75cm^3

Dokładność i precyzja pipet

Pipeta 100-1000ul – pobieranie 100ul – dokładność 3%, precyzja 6%

Wzbogacanie próbki na sorbentach

Ekstrakcja SPE



services.leatherheadfood.com

Wzbogacanie próbki na sorbentach

Ekstrakcja SPE

Kolumienki SPE

Zestaw SPE

Odparowywanie

Rozdzielenie składników mieszaniny

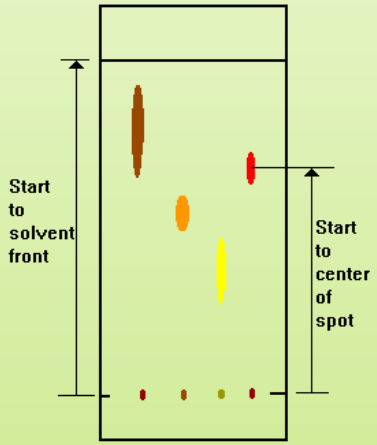
old.kawaska.pl

Koncentrator do próbek

Derywatyzacja

derywatyzacja [ang. < łac. *derivatio* ‘odłączanie’, ‘skierowanie w bok’], sposób postępowania w analizie chemicznej, polegający na otrzymywaniu związków będących pochodną związku badanego, o korzystniejszej charakterystyce fizykochemicznej, np. o większej lotności, bardziej intensywnym zabarwieniu.

http://encyklopedia.pwn.pl



Derywatyzacja w chromatografii cienkowarstwowej

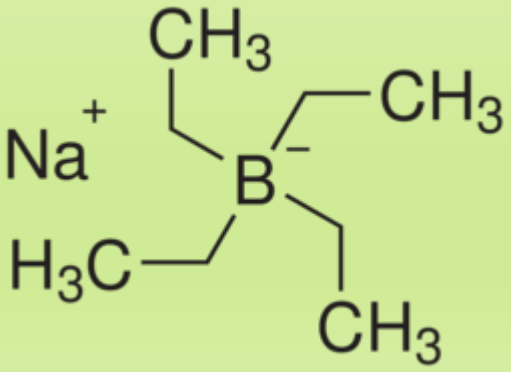
Powody stosowania derywatyzacji

1. Analit niekompatybilny z detektorem

2. Brak możliwości rozdzielnia analitów

3. Trudność w odseparowaniu analitu od matrycy

4. Liniowość w niewielkim zakresie



Czteroetyloboran sodu

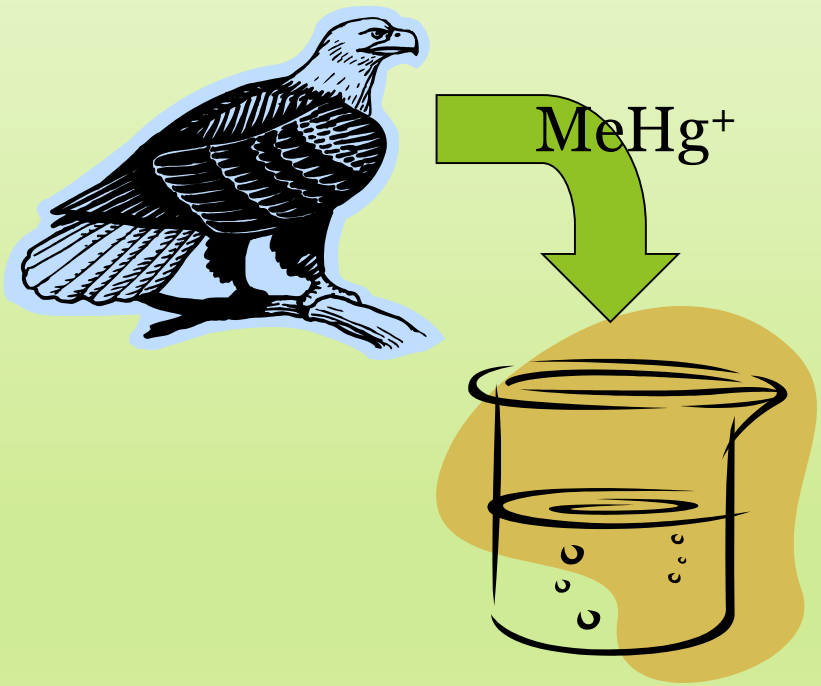
MeHg -> MeHgEt

Suszenie próbek

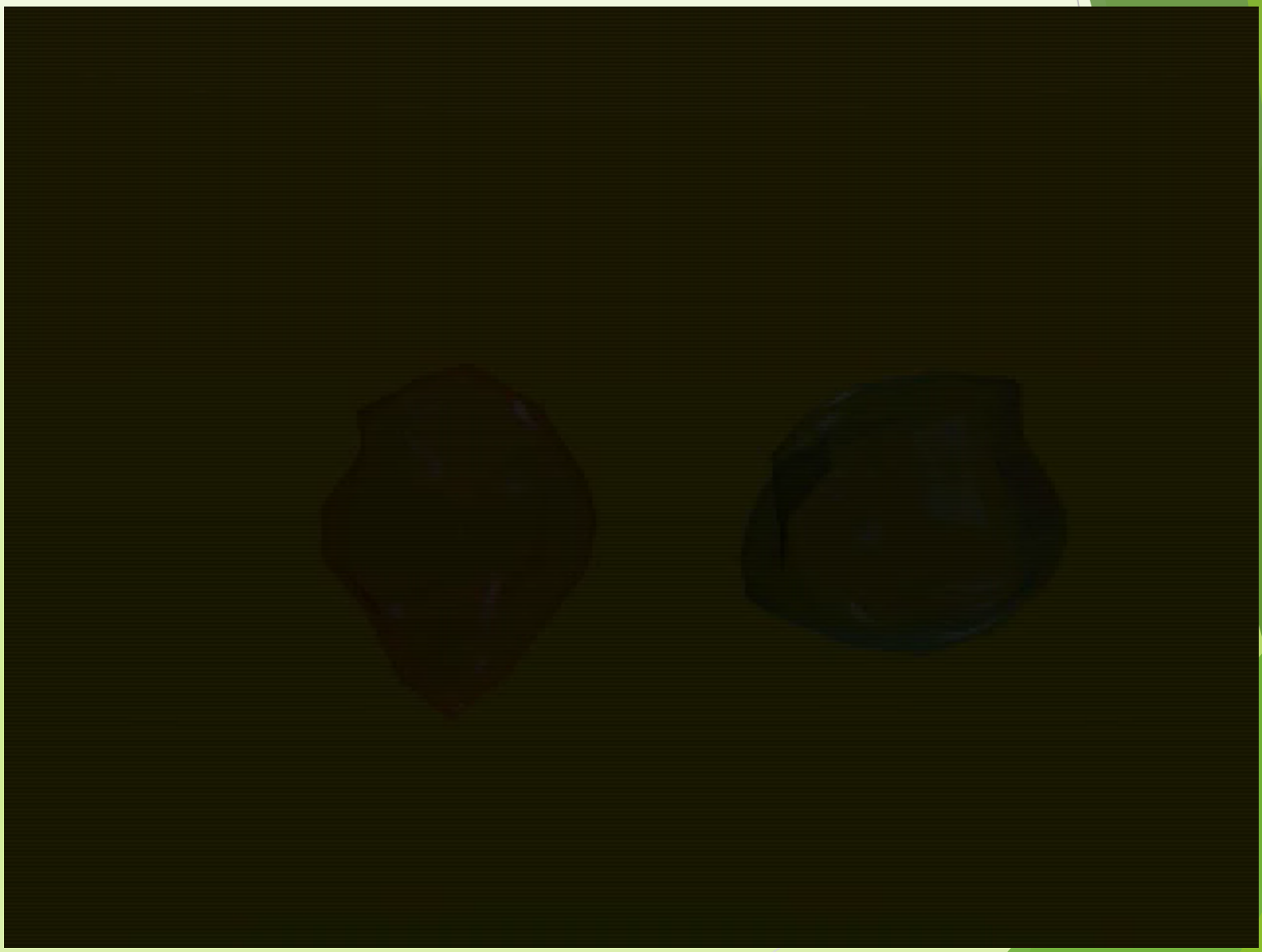
bionovo
BIORESEARCH EQUIPMENT BIOCHEMICALS

Ekstrakcja

Ekstrakcją nazywamy rozdzielenie mieszanin ciekłych lub wydzielenie składników, za pomocą ekstrahanta, który selektywnie rozpuszcza/zatrzymuje tylko wybrane składniki.



Ekstrakcja



Ekstrakcja

A – rozpuszczalnik pierwotny

B – substancja rozpuszczona

C – ekstrahent

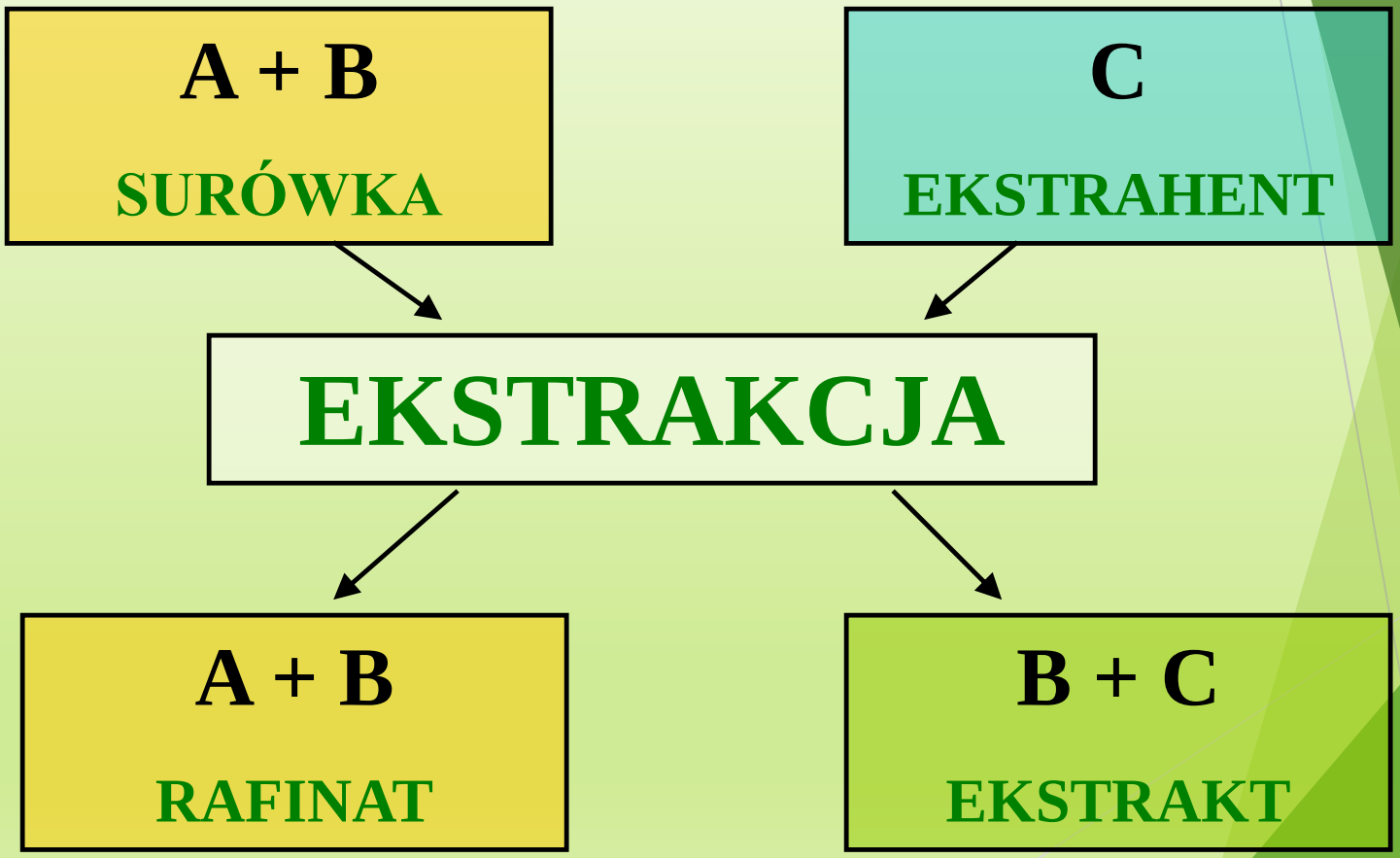
Po ustaleniu się równowagi stosunek stężenia składnika B w C i A jest równy:

D – współczynnikowi podziału

$$D = \Sigma(C_B)_A / \Sigma(C_B)_C$$

Ekstrakcja

Proces ekstrakcji



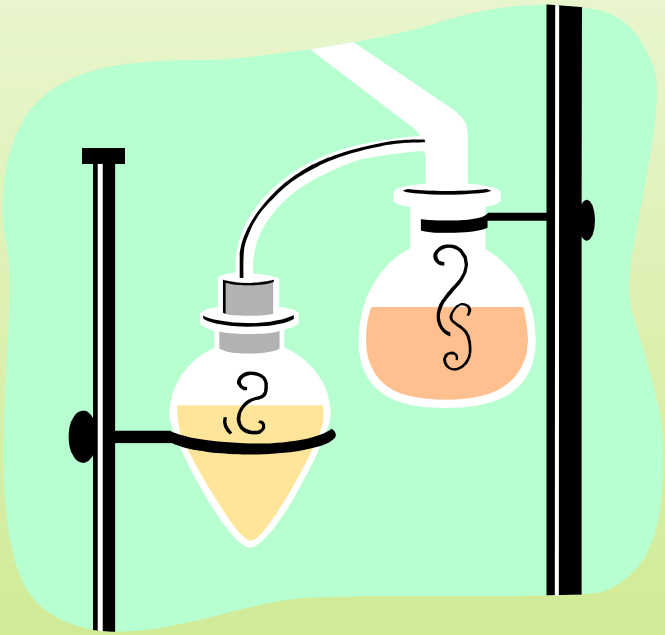
Ekstrakcja

Ważniejsze rozpuszczalniki organiczne stosowane w procesie ekstrakcji

- **benzen** C_6H_6
- **chloroform** $CHCl_3$
- **czterochlorek węgla** CCl_4
- **aceton** CH_3COCH_3
- **eter dietylowy** $C_2H_5OC_2H_5$

Chemia analityczna

Podstawowe operacje w laboratorium



Część II

Typowe operacje etapu przygotowania próbek do analizy:

- filtracja
- ważenie
- dodanie wzorca wewnętrznego
- rozcieńczanie
- odparowanie
- wzbogacanie na sorbentach
- derywatyzacja
- suszenie
- strącanie
- wirowanie
- ekstrakcja
- mineralizacja
- homogenizacja
- rozdrabnianie
- ultrafiltracja
- liofilizacja

Homogenizacja próbek

ppm K ?

POPRAWNOŚĆ HOMOGENIZACJI

RSD

Homogenizacja próbek

Metody ręczne

Moździerz porcelanowy

Moździerz agatowy

Homogenizacja próbek

Homogenizatory wirnikowe

System otwarty

Wzrost temperatury

Nóż homogenizacyjny

Homogenizacja próbek
Młynki

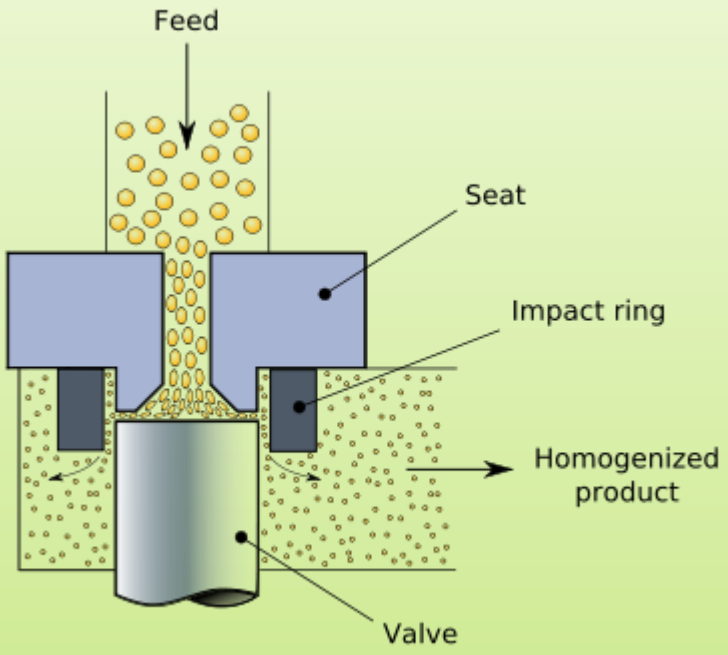
Chłodzenie komory N_2

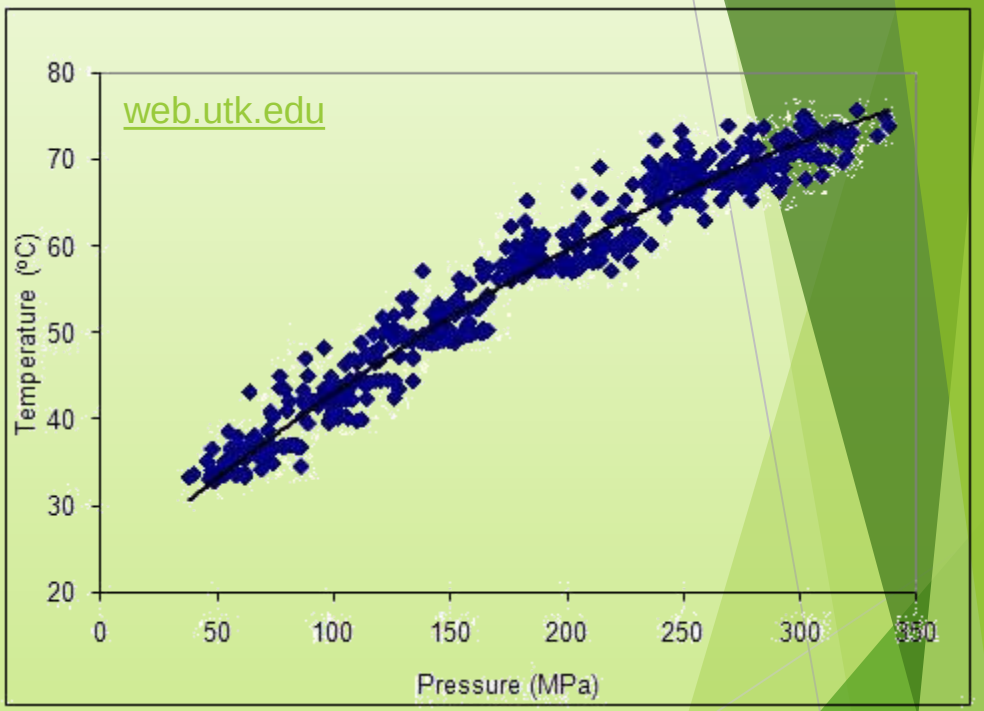
Homogenizacja próbek

Homogenizatory ultradźwiękowe

Homogenizacja próbek

Homogenizatory wysokociśnieniowe





Homogenizacja próbek
Homogenizator pulsacyjny

Homogenizacja próbek

Młyny kulowe

Homogenizacja próbek

Młynek – praca ciągła + separacja na sitach

Substancje włókniste i twarde

Mineralizacja próbek

Rozkład i utlenianie substancji organicznych i przeprowadzenie do roztworu

MINERALIZACJA

Sucha

- spopielanie
- min. niskotemperaturowa w plazmie tlenowej
- mineralizacja w tlenie
- stapianie

Mokra w kwasach

- konwencjonalne ogrzewanie
- z wykorzystaniem ultradźwięków
- z wykorzystaniem UV
- z wykorzystaniem en. mikrofalowej

Mineralizacja

Spopielanie

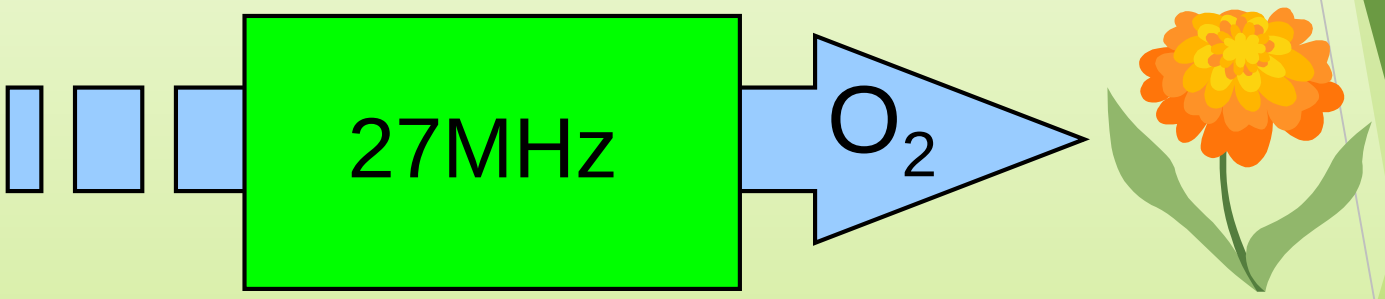
400-600^{0}C

kwasy

Mineralizacja

Mineralizacja niskotemperaturowa w plazmie tlenowej

$80\text{-}200^0C$



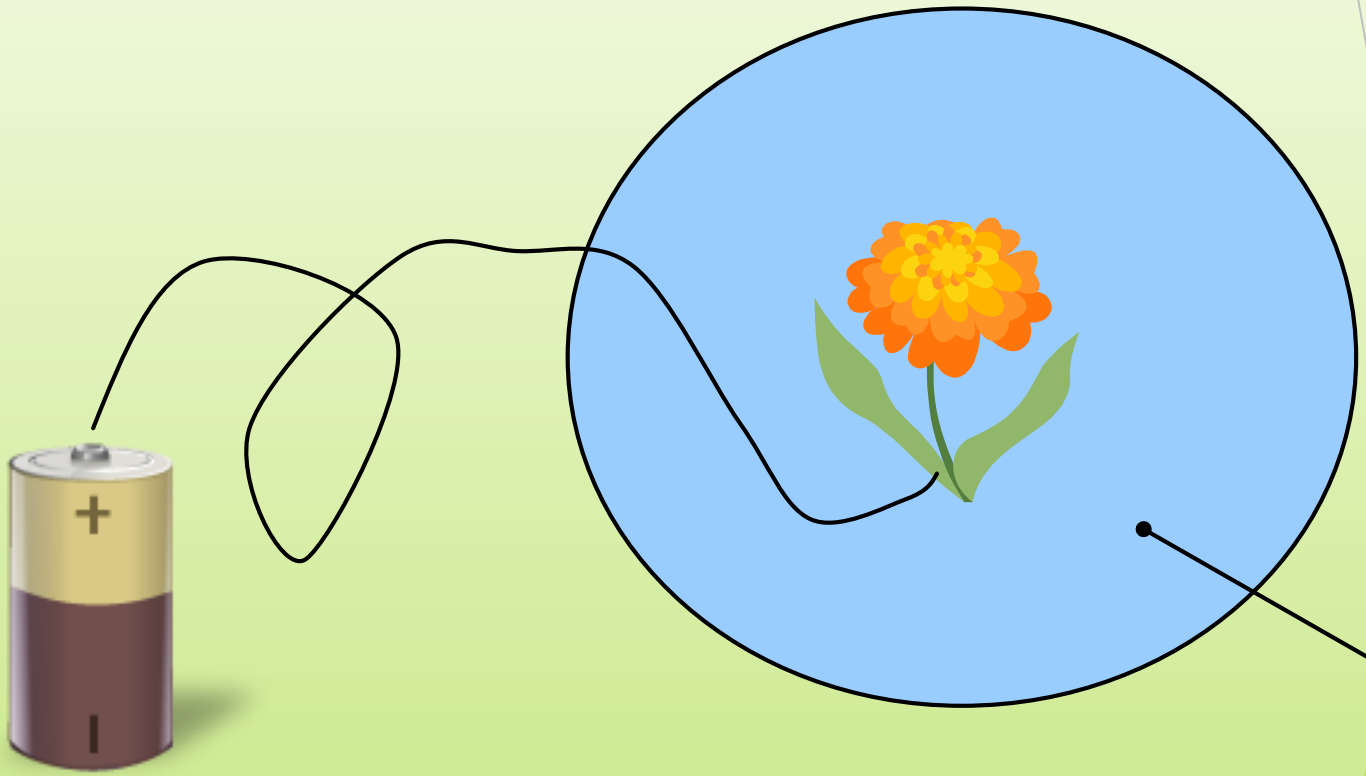
Generator wysokiej częstotliwości

Próbka

Kilka - kilkanaście godzin

Mineralizacja

Bomba tlenowa



Zapłon elektryczny

0.2-6.0 MPa

Mineralizacja

Mineralizacja mokra

Tecator™

usuwanie par

Piec konwencjonalny

Mineralizacja

Mineralizacja mokra

+ HNO_3, H_2SO_4, $HClO_4$

Łaźnia ultradźwiękowa

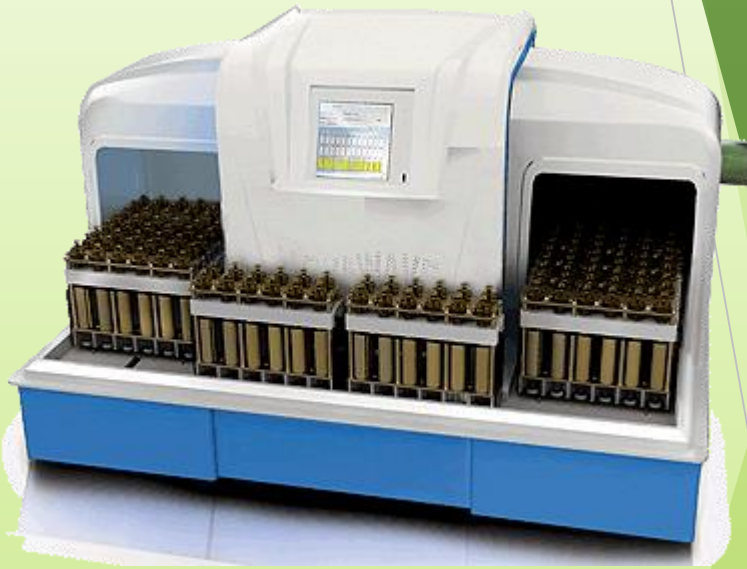
Mineralizacja próbek

Mineralizacja mikrofalowa

2450 MHz.

↓

Promieniowanie jest absorbowane przez wodę i kwasy



Mineralizator automatyczny mikrofalowy

Mineralizacja próbek

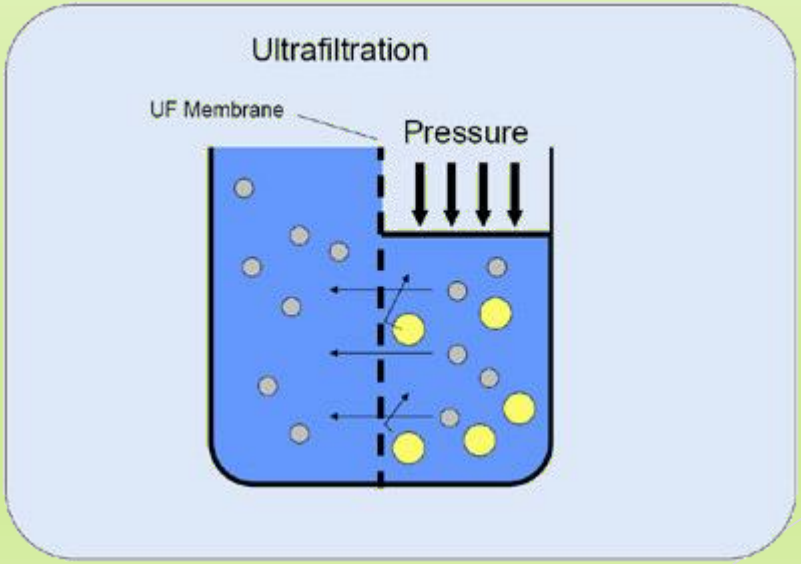
Mineralizacja mikrofalowa

Zaletami mineralizacji mikrofalowej są:

- ❖ dobra powtarzalność,
- ❖ prostota wykonania,
- ❖ krótki czas przebiegu procesu,
- ❖ niewielkie zużycie odczynników.
- ❖ możliwość oznaczania w mineralizacji wielu pierwiastków w szerokim zakresie stężeń.
- ❖ ograniczone straty analitu.
- ❖ ograniczona kontaminacja próbki
- ❖ małe odważki analizowanego materiału (0.1 g),
- ❖ skuteczność rozkładu substancji organicznej i nieorganicznej.

Ultrafiltracja

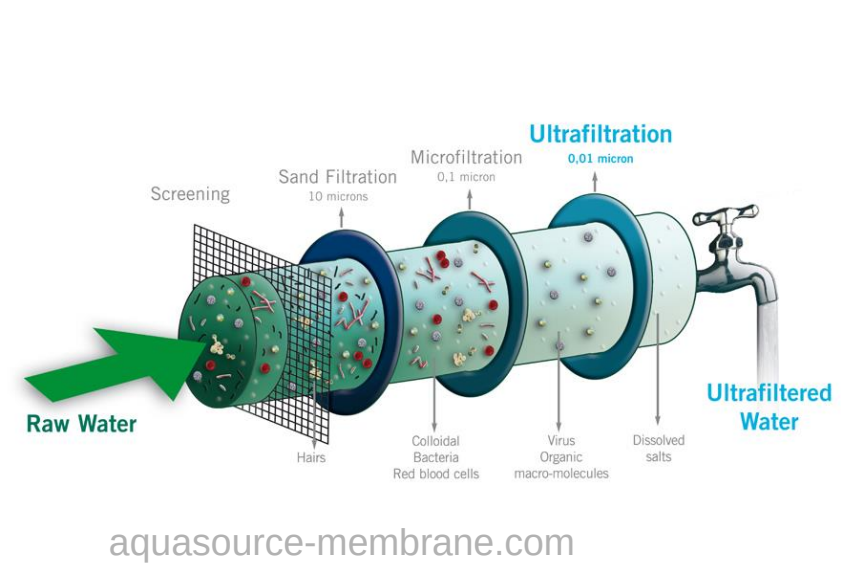
Ultrafiltracja jest procesem rozdziału wykorzystującym membranę, której pory mieszczą się w zakresie 0,1 – 0,001 mikrona.



fumatech.com

Ultrafiltracja

Ultrafiltracja jest wykorzystywana m. in. do:
- oddzielania cząstek koloidalnych od reszty zawiesiny
- oddzielania cząstek o danym rozmiarze od cząstek o innych rozmiarach
- określenia dystrybucji cząsteczek o różnych wymiarach w systemie koloidalnym poprzez wykorzystanie filtrów z gradientem rozmiarów por



aquasource-membrane.com

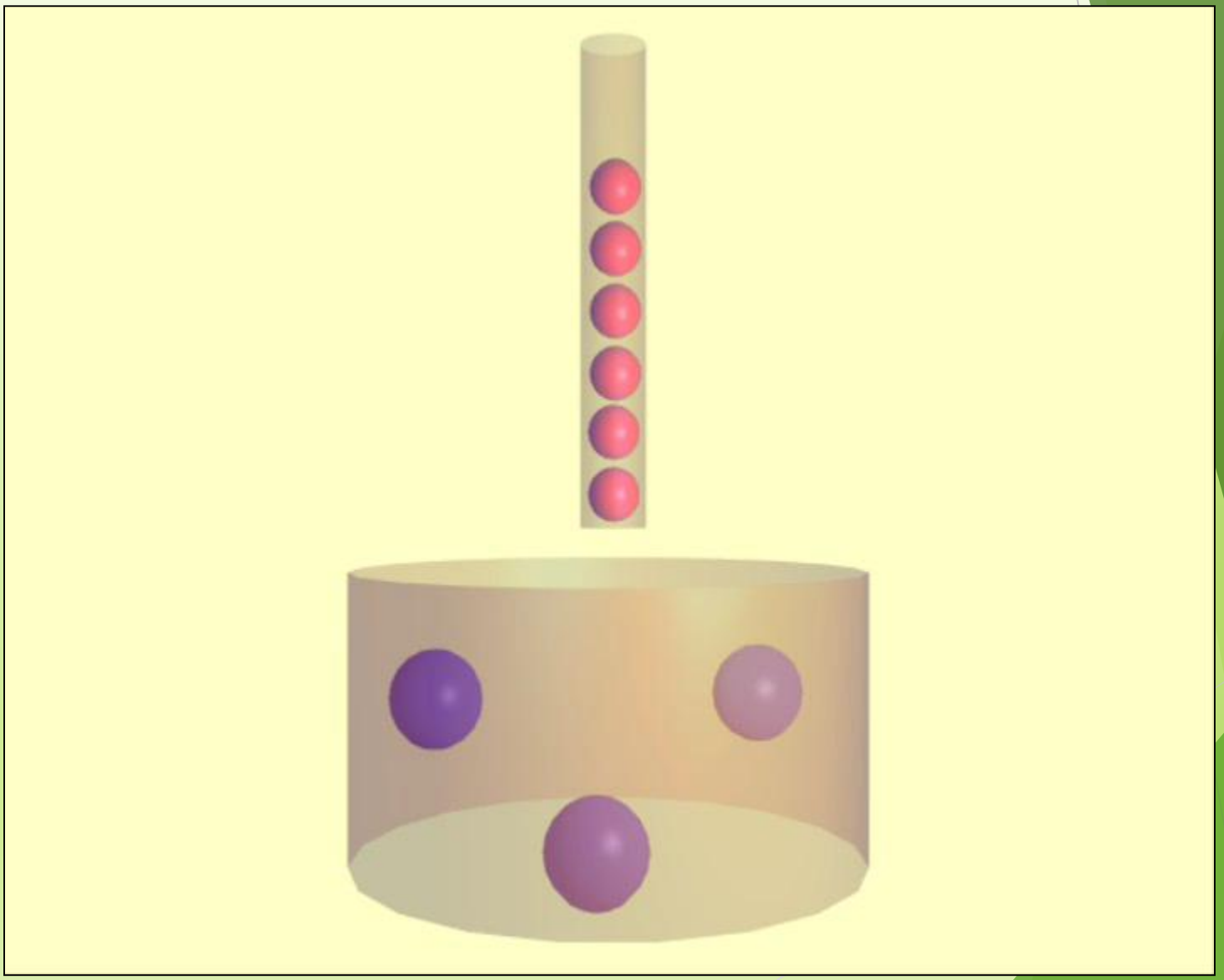
bazylia.pl

Analiza objętościowa

Definicja

Miareczkowanie jest procesem oznaczania substancji A, przez stopniowe dodawanie do jej roztworu porcji substancji B (w warunkach umożliwiających stwierdzenie Punktu Końcowego miareczkowania) podstawą określenia ilości substancji A jest wyznaczenie ilości substancji B potrzebnej do osiągnięcia Punktu Równoważnikowego

Analiza objętościowa



Cechy reakcji w analizie objętościowej

1. Ilościowy, stechiometrycznie jednoznaczny przebieg
2. Szybki przebieg
3. Substraty i produkty reakcji powinny być trwałe w środowisku roztworu
4. Znany sposób wyznaczenia PK miareczkowania

Podstawowe pojęcia i terminy

Titrant – roztwór odczynnika o ściśle określonym stężeniu (mianie).

Punkt Końcowy miareczkowania – obserwowany koniec reakcji. Prawie nigdy PK nie pokrywa się z **Punktem Równoważnikowym**. Zazwyczaj sygnał analityczny pochodzi od niewielkiego nadmiaru titranta

Krzywa miareczkowania

Zależność $-\log C = f(V)$

gdzie: c – stężenie oznaczanej substancji

V – objętość titranta

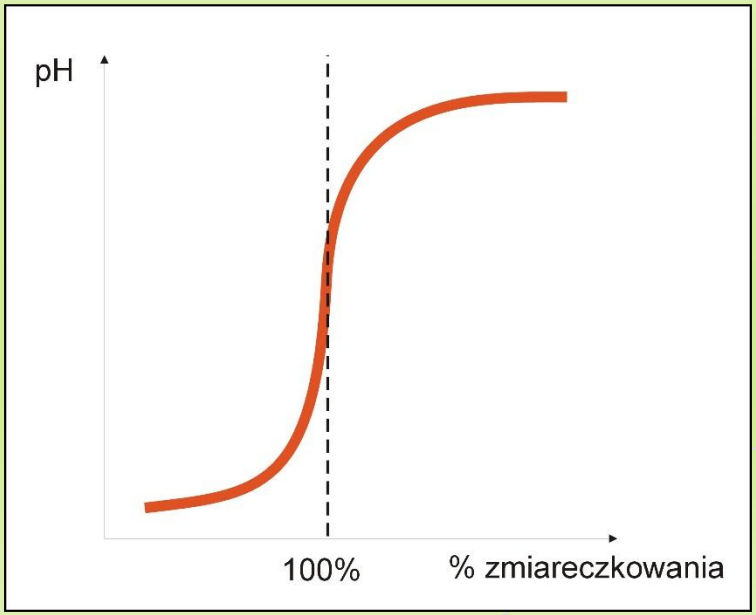
Biurety i titratory

Klasyfikacja metod miareczkowych

1. Alkacymetria – reakcje wymiany protonów

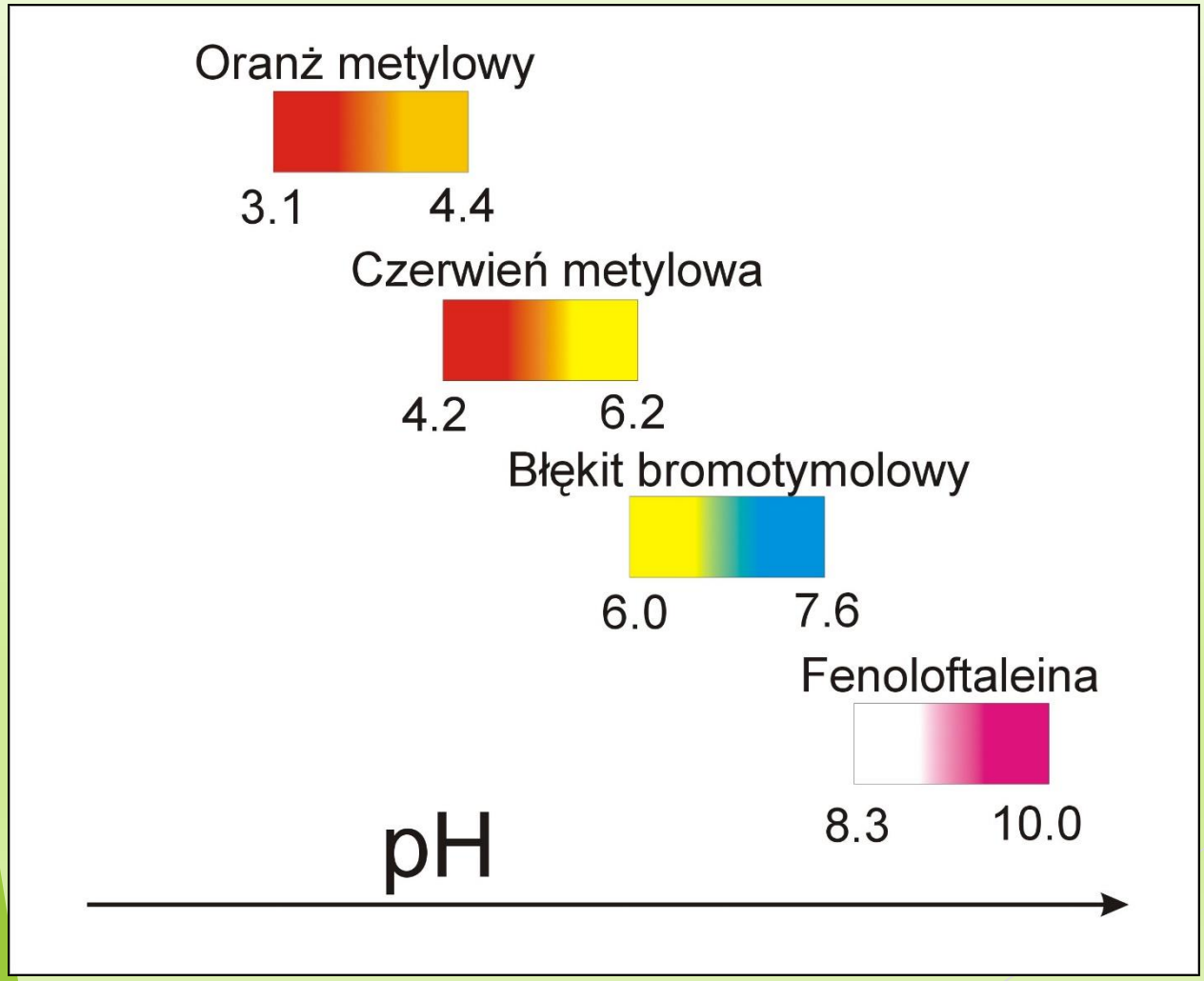
- alkalimetria miareczkowanie mianowanym roztworem zasady (np. NaOH)

- acydymetria miareczkowanie mianowanym roztworem kwasu (np. HCl)



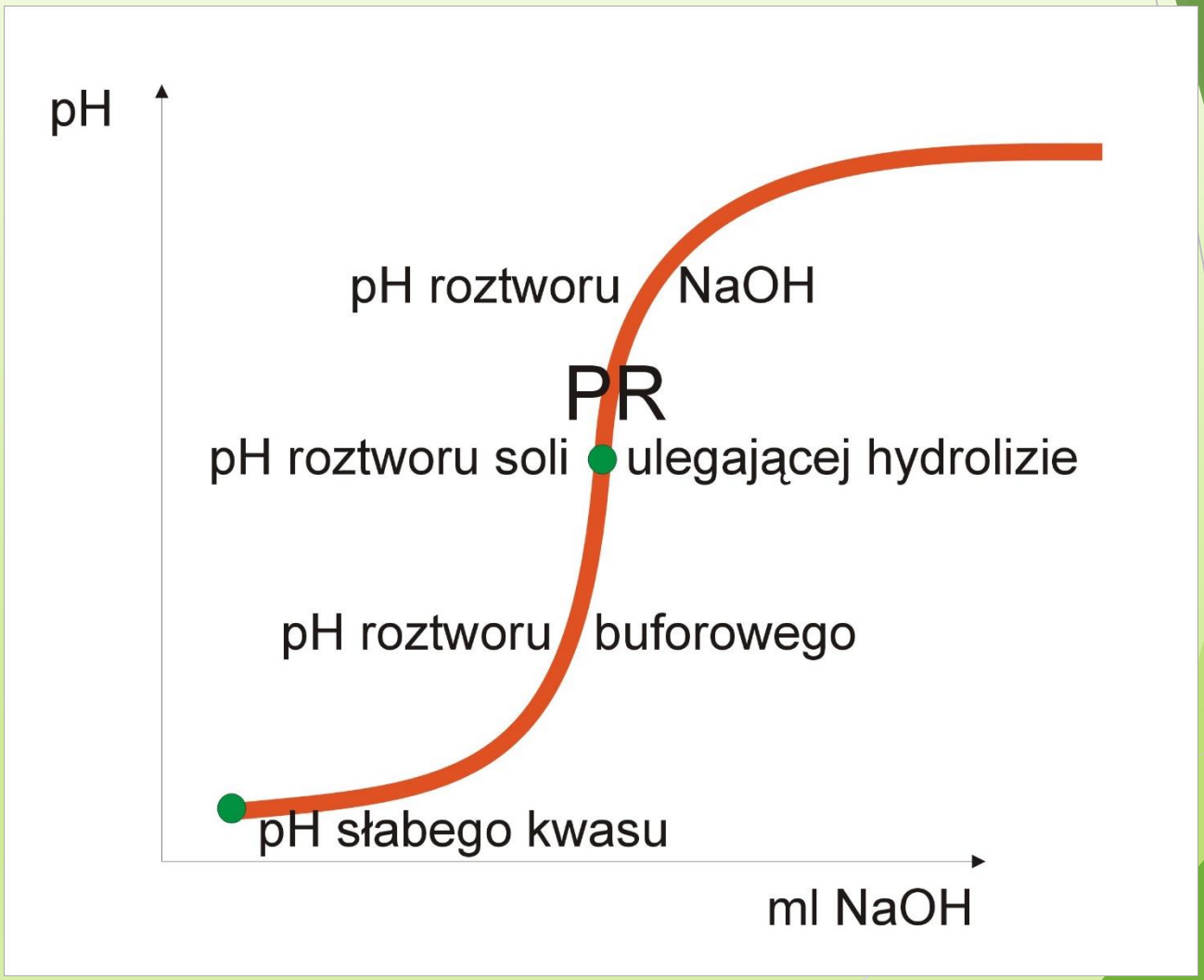
Wskaźniki alkacymetryczne

Wskaźniki to słabe kwasy lub zasady, których jony są inaczej zabarwione niż niezdysocjowane cząsteczki

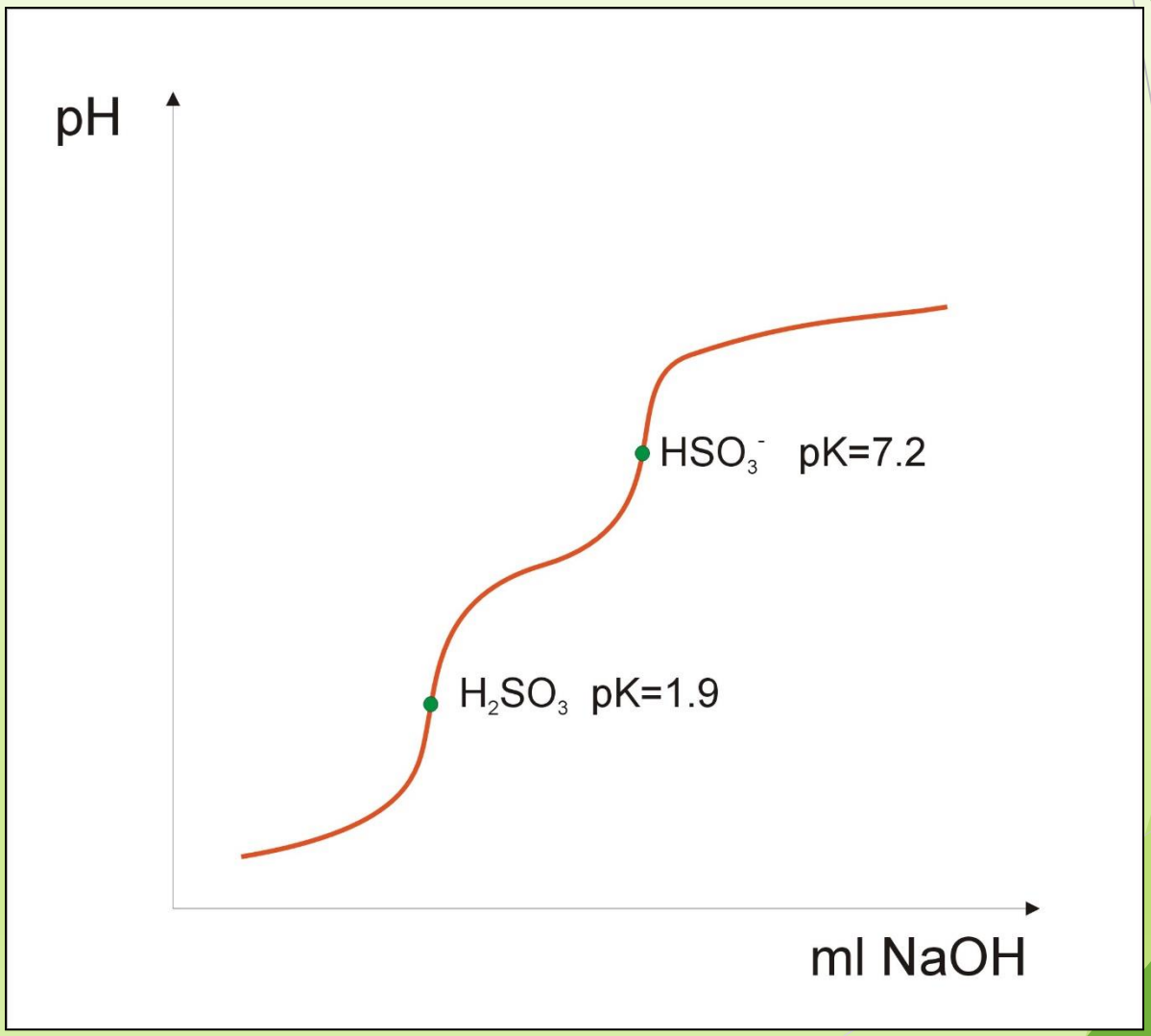


$HInd \rightleftarrows H^+ + Ind^-$

Miareczkowanie słabego kwasu mocną zasadą



Miareczkowanie kwasu dwuprotonowego

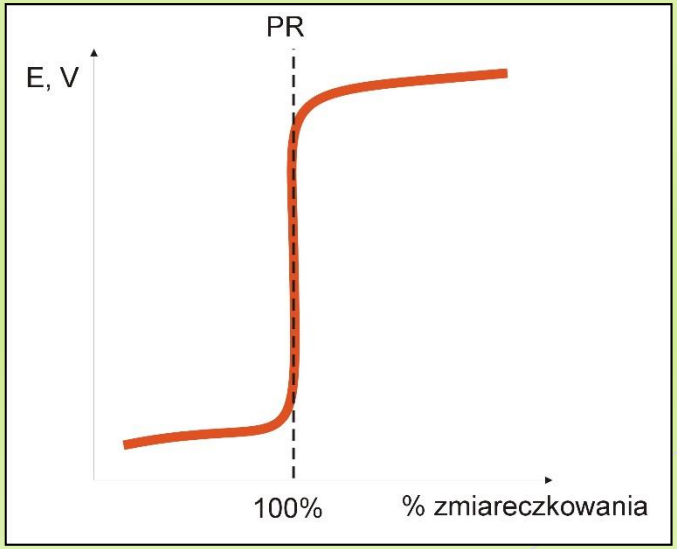


Klasyfikacja metod miareczkowych

2. Redoksometria – reakcje wymiany elektronów

- oksydymetria miareczkowanie mianowanym roztworem utleniacza (np. $KMnO_4$ – manganometria, I_2 – jodometria, $K_2Cr_2O_7$ - chromianometria)

- reduktometria miareczkowanie mianowanym roztworem reduktora (np.$FeSO_4$ – ferrerometria, $TiCl_3$ - tytanometria)

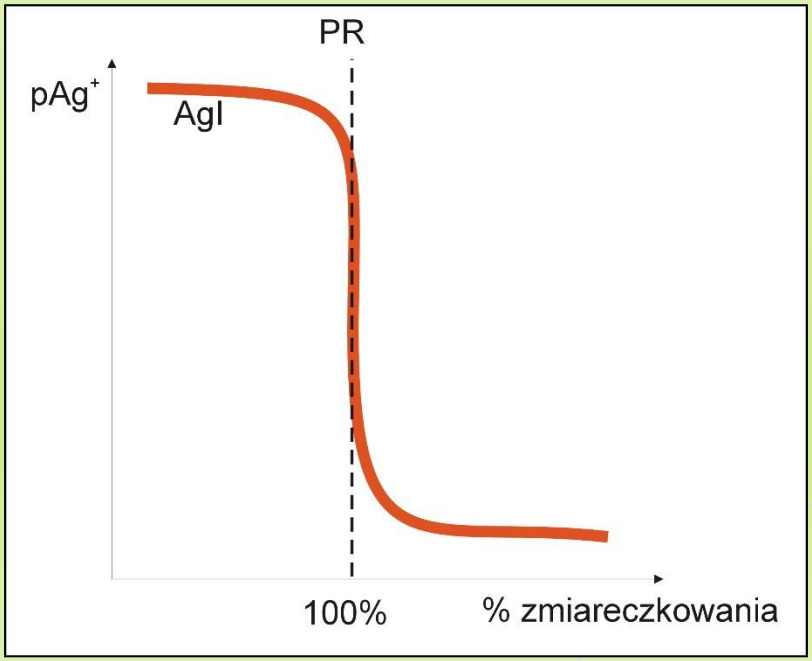


Klasyfikacja metod miareczkowych

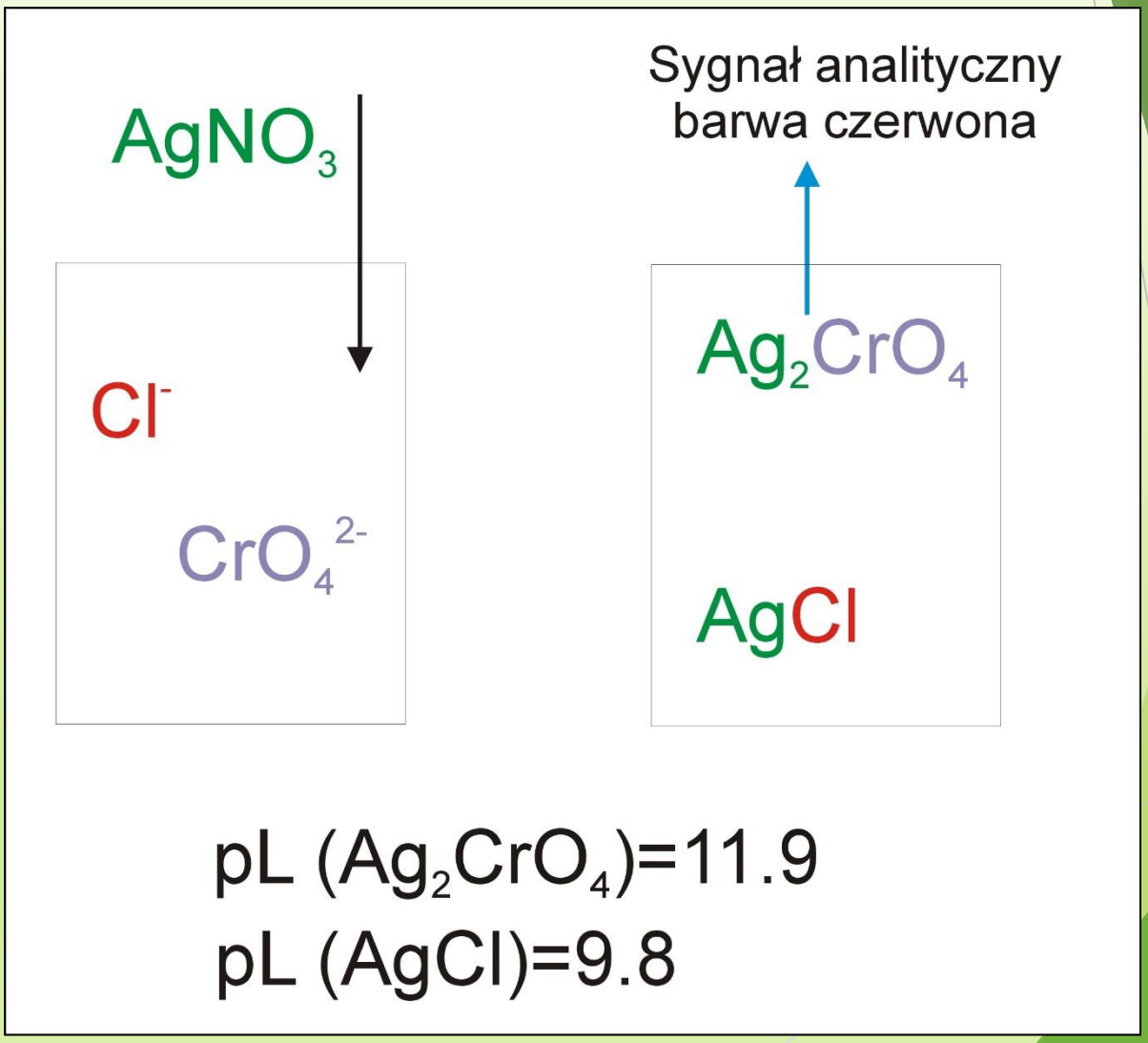
3. Precypitometria (miareczkowanie strąceniowe)

Reakcje podwójnej wymiany jonów z utworzeniem trudno rozpuszczalnego osadu

Przykład
- argentometria - miareczkowanie mianowanym roztworem $AgNO_3$



Oznaczanie chlorków



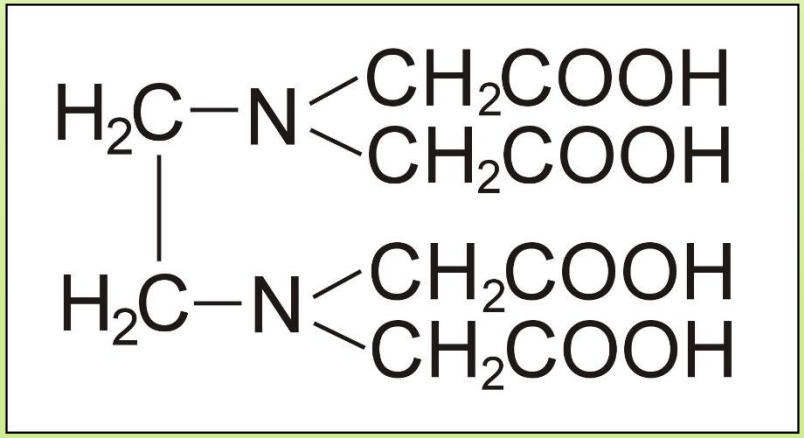
pL (Ag_2CrO_4)=11.9

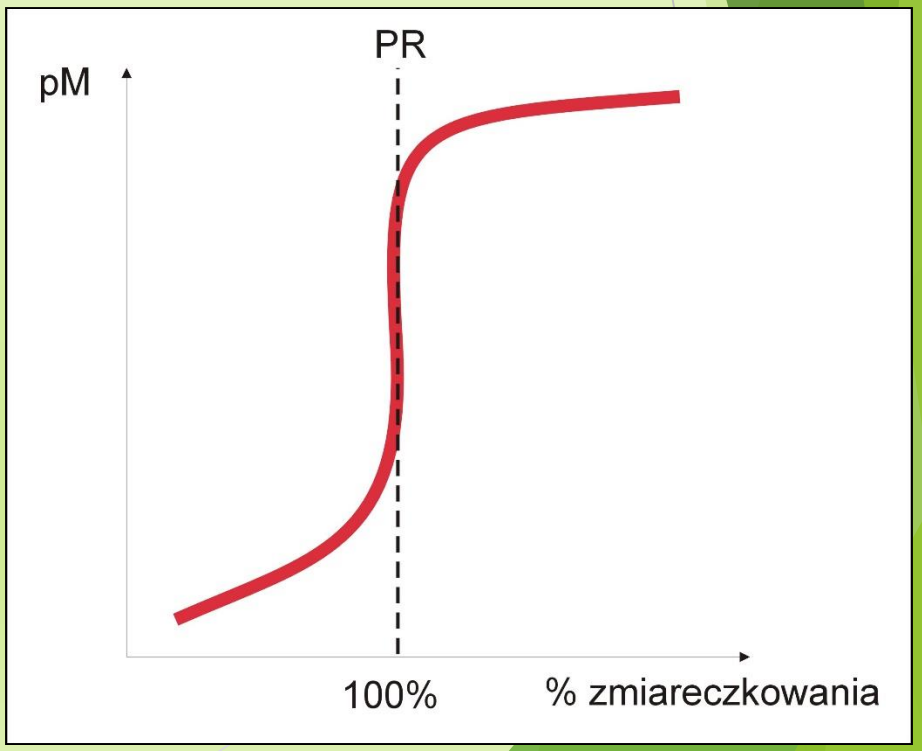
pL (AgCl)=9.8

Klasyfikacja metod miareczkowych

4. Kompleksometria – reakcje wymiany ligandów

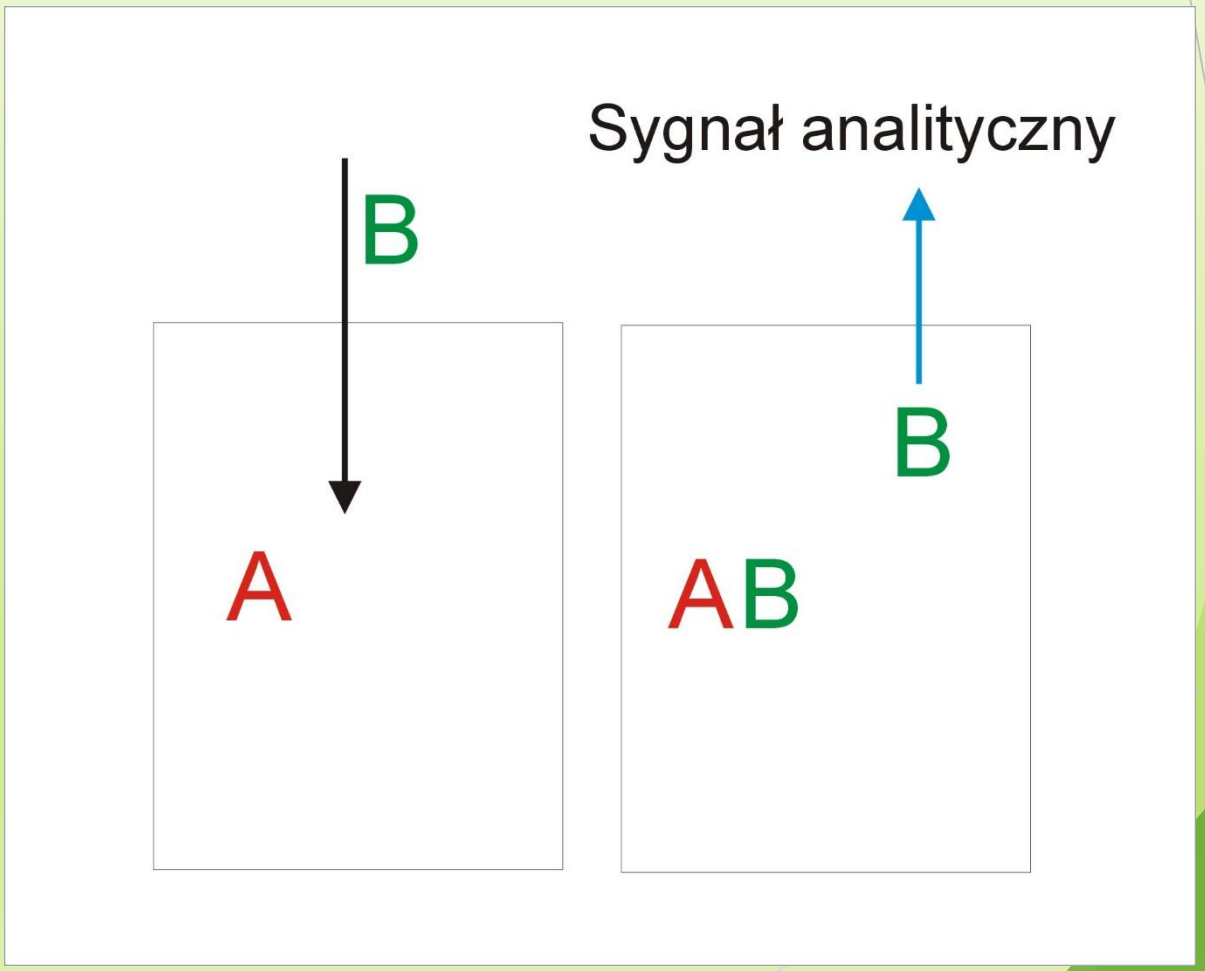
Przykład
miareczkowanie mianowanym roztworem EDTA (kwas wersenowy o wzorze:





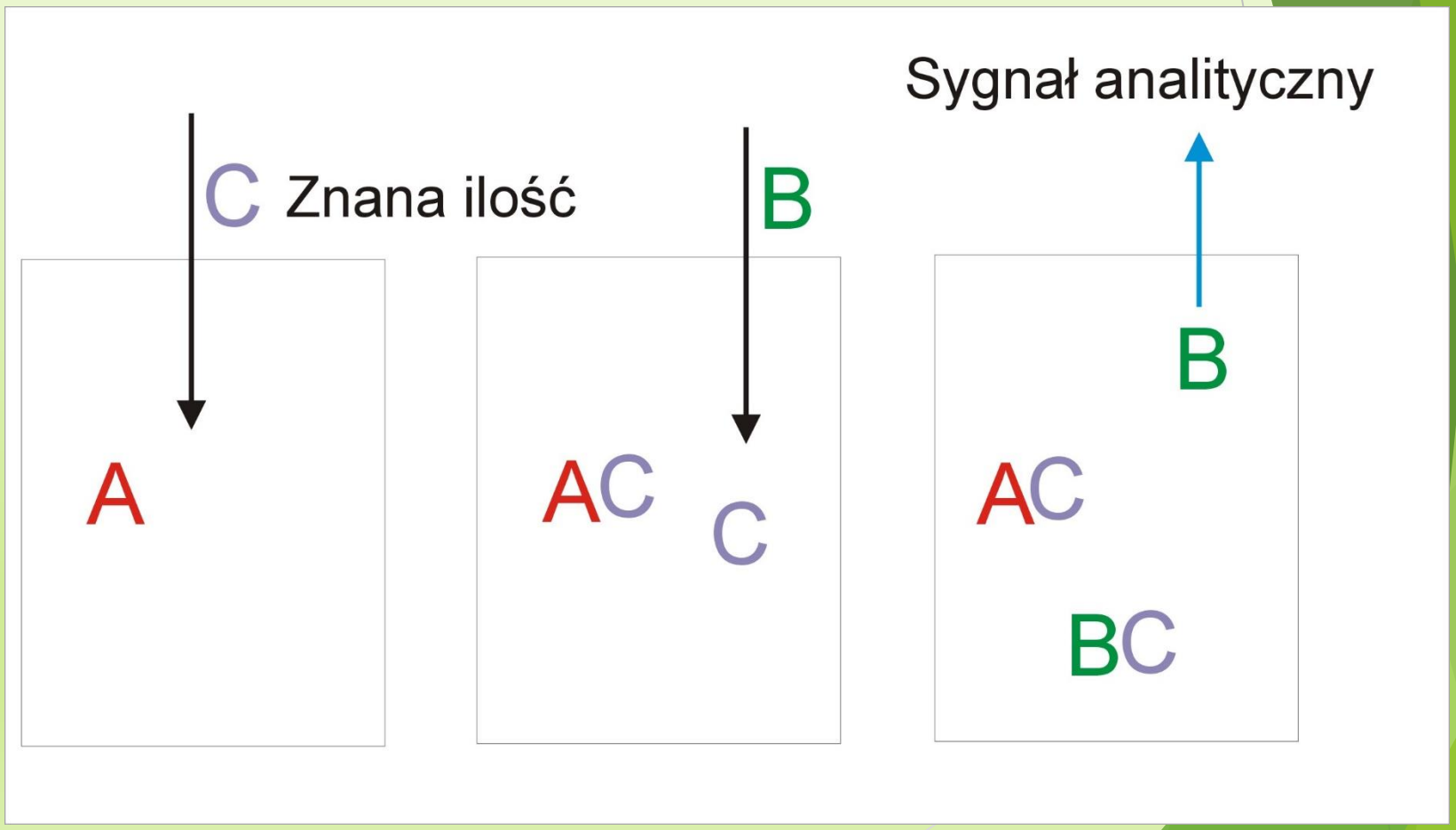
Podział miareczkowania wg sposobu prowadzenia miareczkowania

Miareczkowanie bezpośrednie



Podział miareczkowania wg sposobu prowadzenia miareczkowania

Miareczkowanie pośrednie



Destylacja

Destylacja polega na przeprowadzeniu cieczy, przez ogrzewanie do wrzenia, w parę, oziębieniu jej, skropleniu oraz zebraniu w postaci destylatu.

CEL:

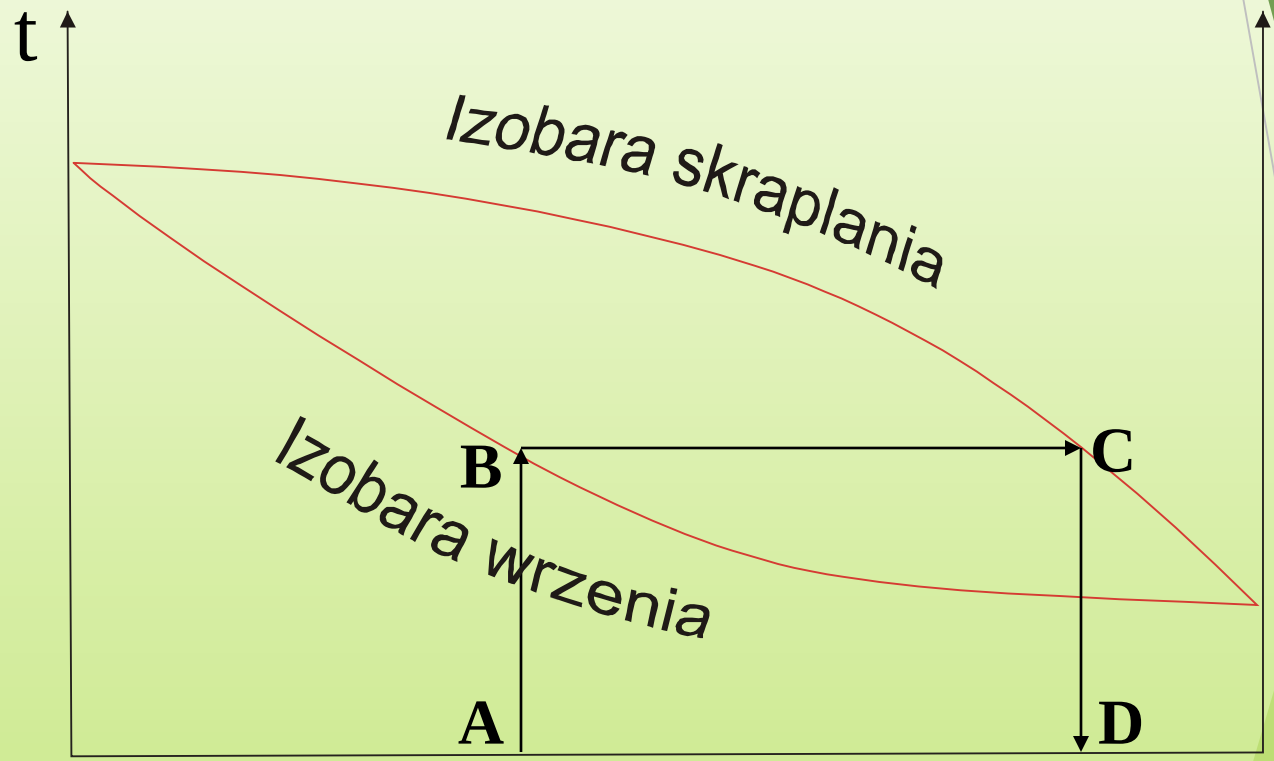
- rozdzielenie ciekłych mieszanin
- oczyszczenie cieczy

Wykres zależności temperatur wrzenia i skraplania od składu cieczy (p = const.)

100% WW
0% NW

100% NW
0% WW

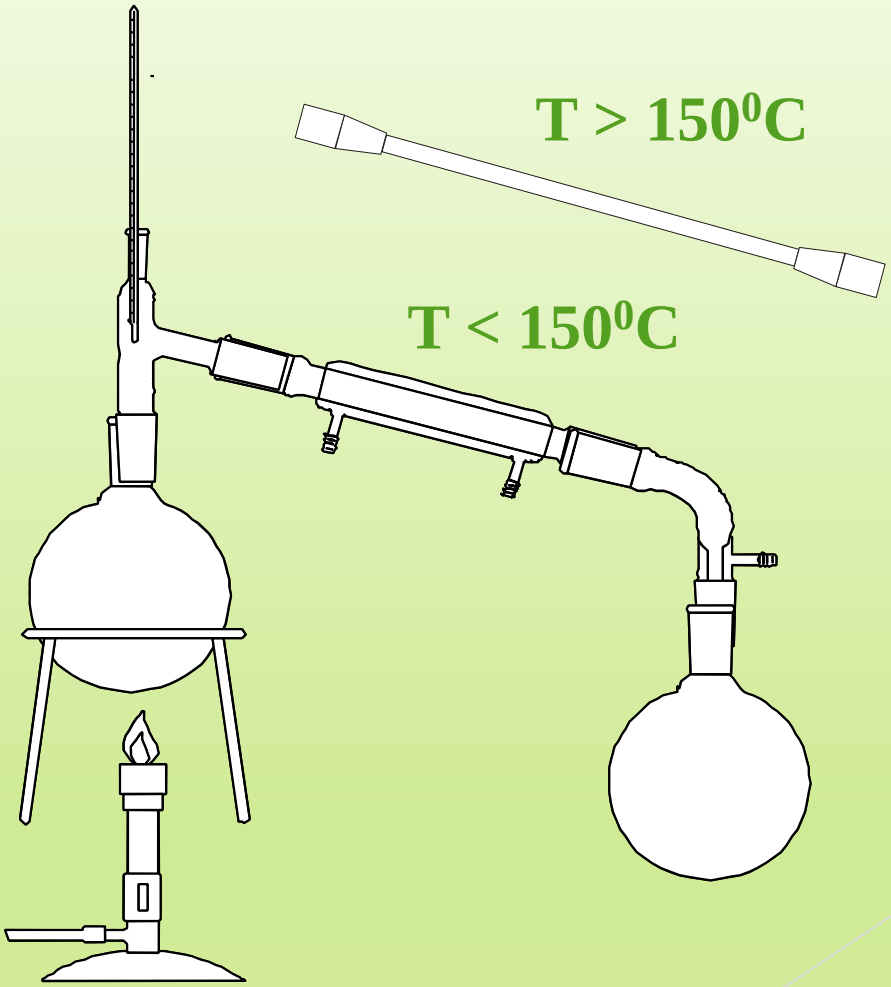
Wykres zależności temperatur wrzenia i skraplania od składu cieczy (p = const.)



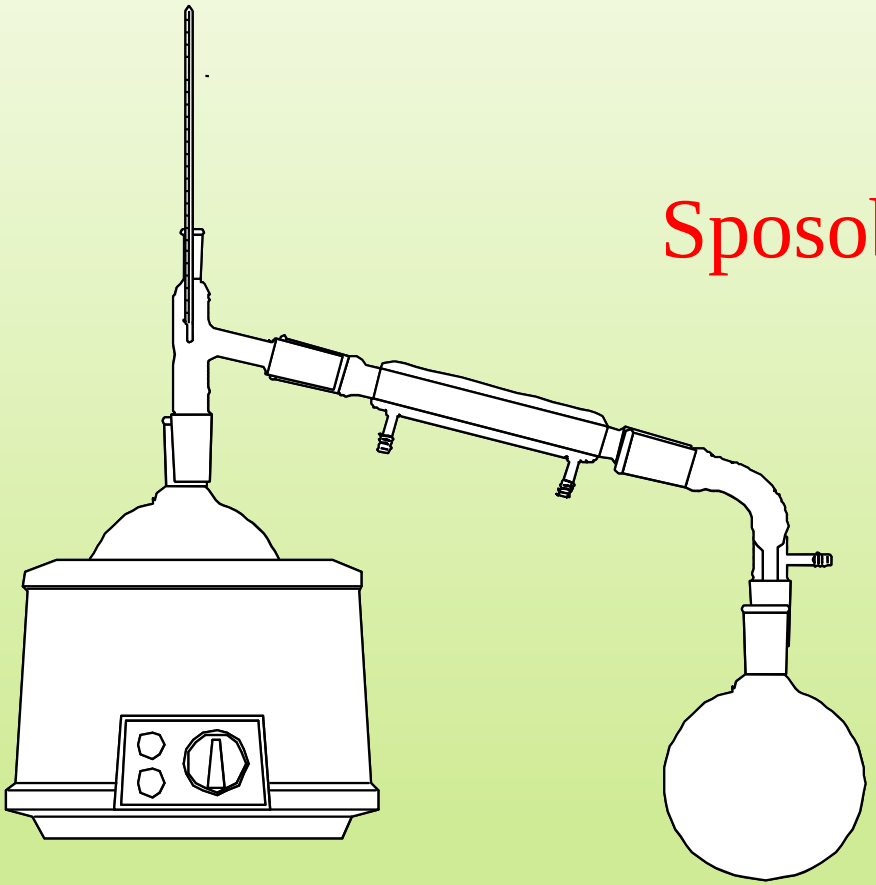
100% WW
0% NW

100% NW
0% WW

Destylacja zwykła (normalne ciśnienie)



Destylacja zwykła (normalne ciśnienie)

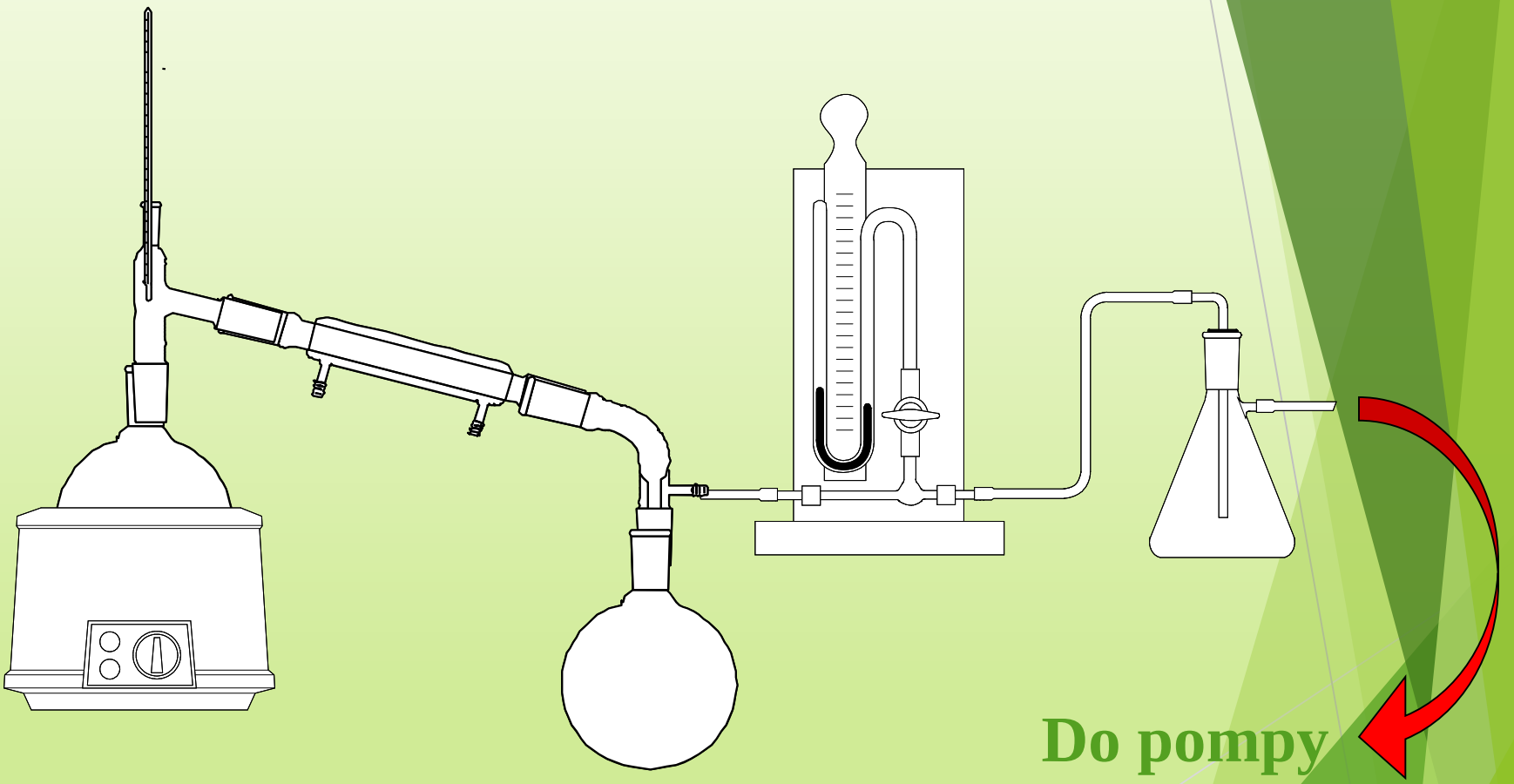


Sposoby ogrzewania kolby

- płaszcz grzejny
- łaźnia olejowa
- łaźnia wodna

Temperatura łaźni – 20-30 ^{0} C wyższa od temp. wrzenia

Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem



Destylacja frakcyjna

Mieszaniny cieczy

O różnych temp. wrzenia

Tworzące mieszaniny azeotropowe

O zbliżonych temp. wrzenia

Destylacja frakcyjna

Mieszaniny cieczy

O różnych temp. wrzenia

Tworzące mieszaniny azeotropowe

O zbliżonych temp. wrzenia

Zależność temperatury od ilości destylatu

Destylacja frakcyjna

Mieszaniny cieczy

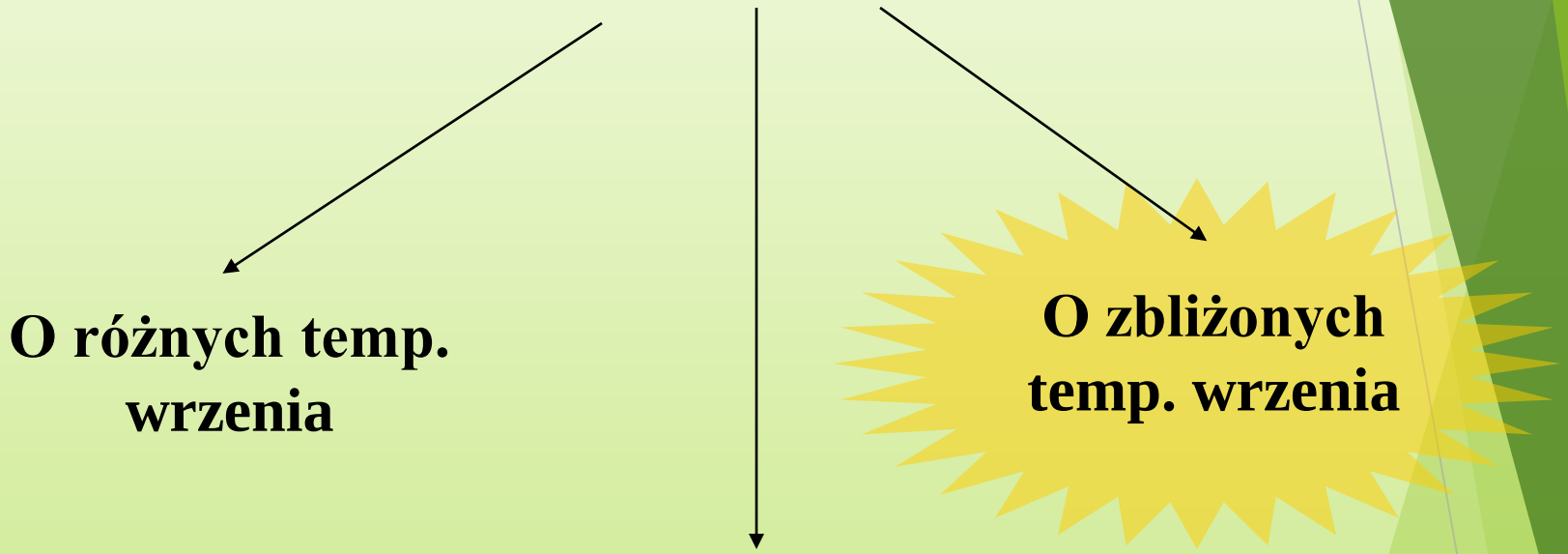
O różnych temp. wrzenia

O zbliżonych temp. wrzenia

Tworzące mieszaniny azeotropowe

Destylacja frakcyjna

Mieszaniny cieczy

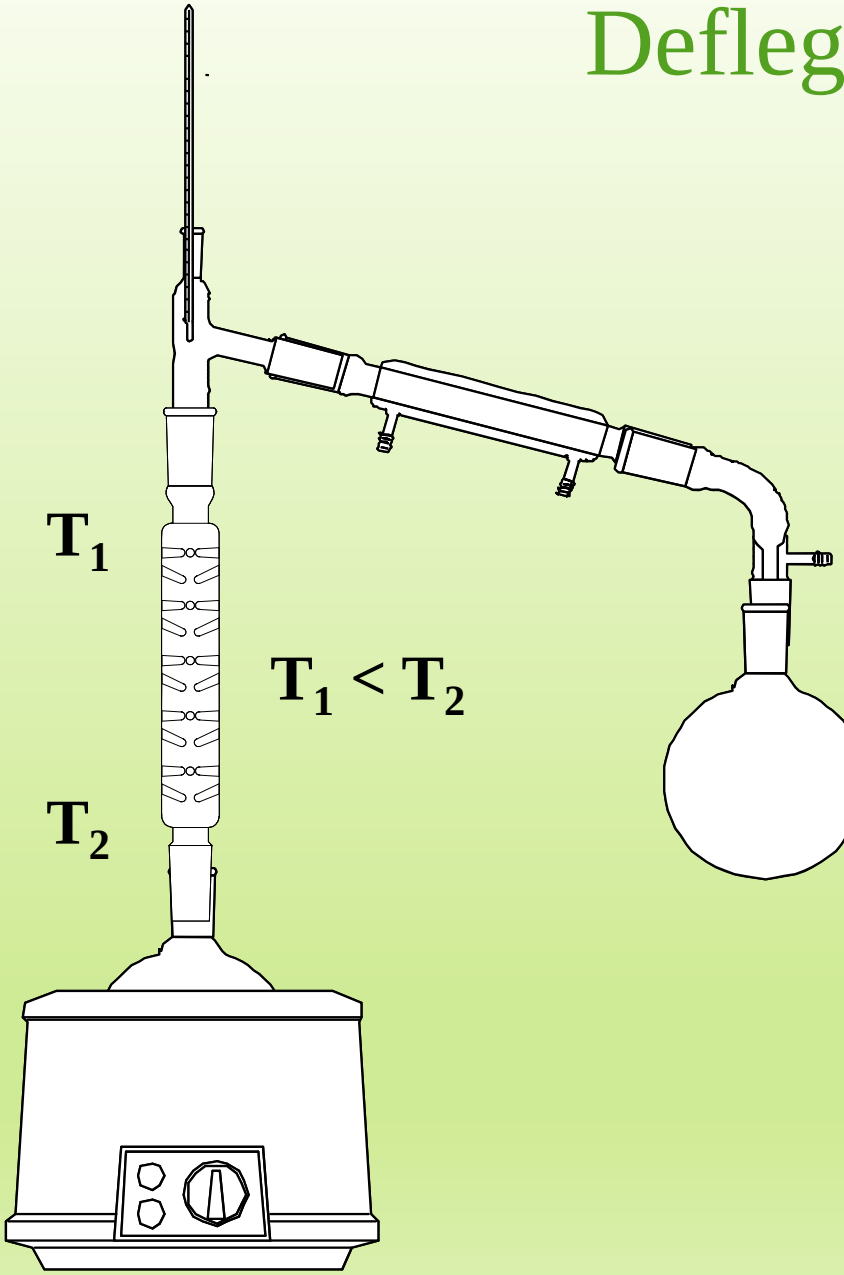


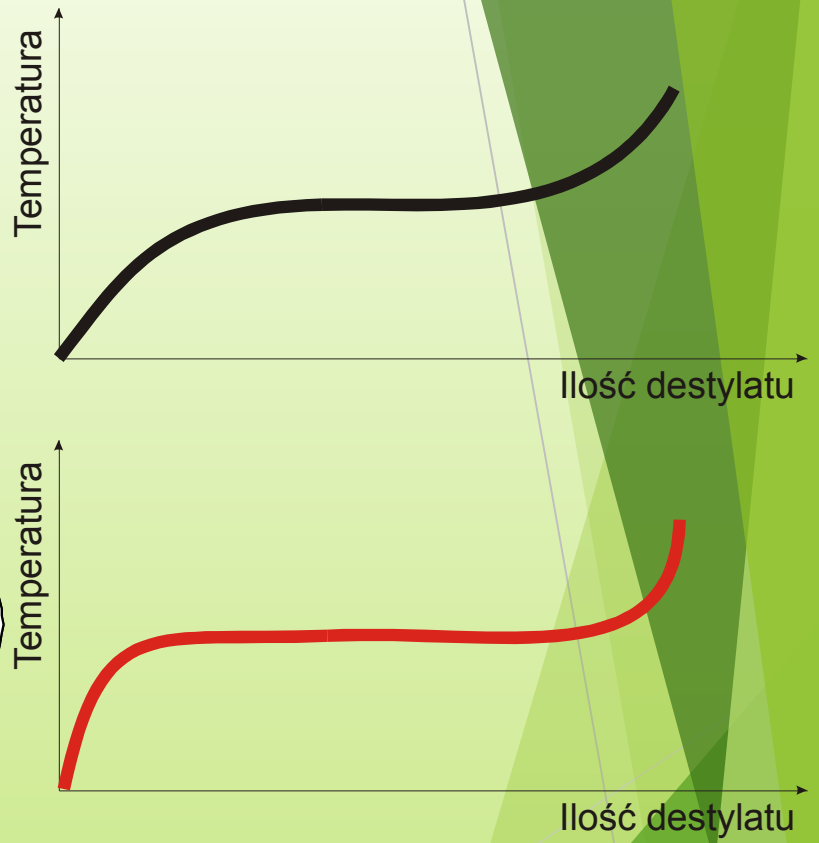
O różnych temp. wrzenia

O zbliżonych temp. wrzenia

Tworzące mieszaniny azeotropowe

Deflegmator



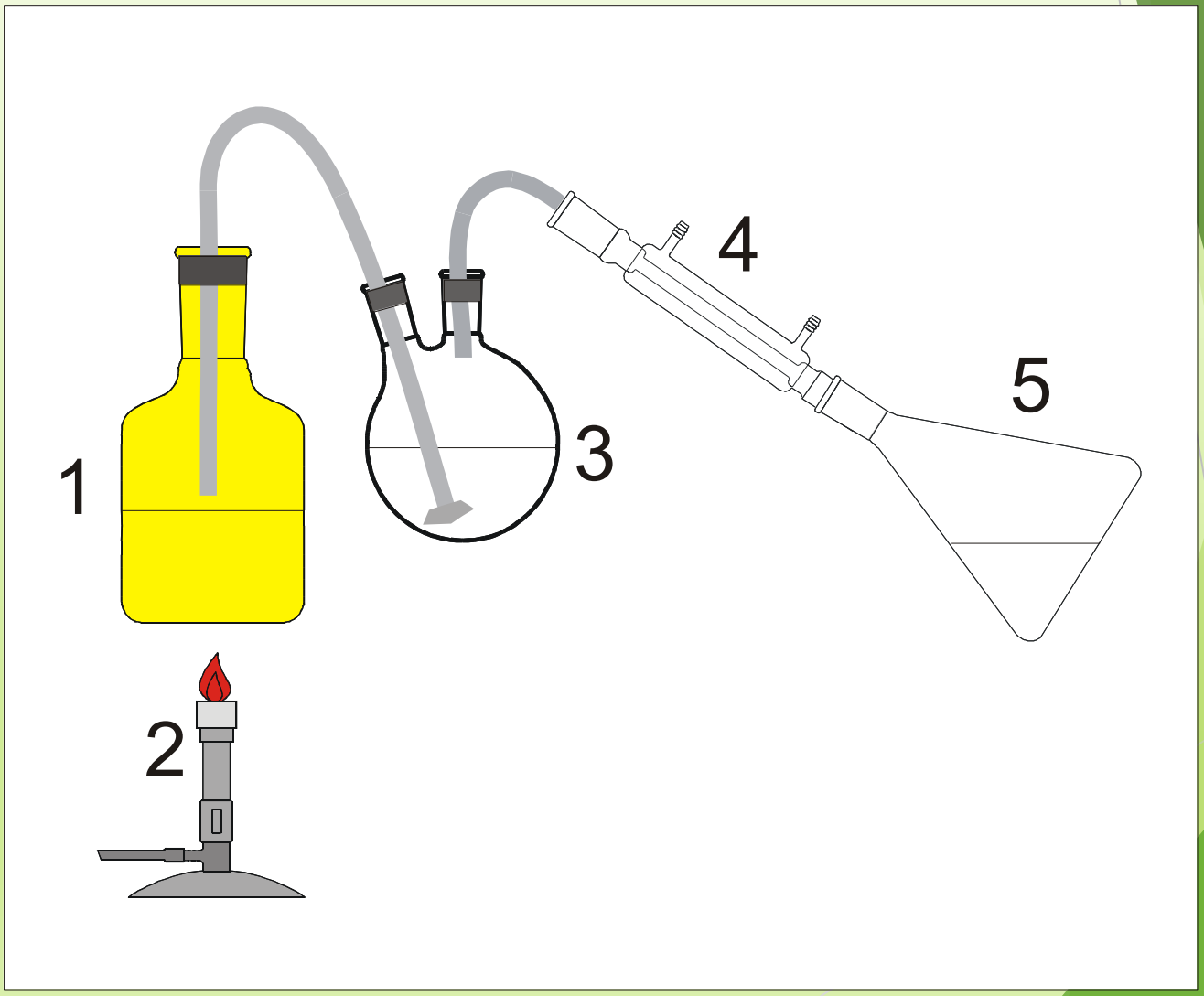


Destylacja z parą wodną

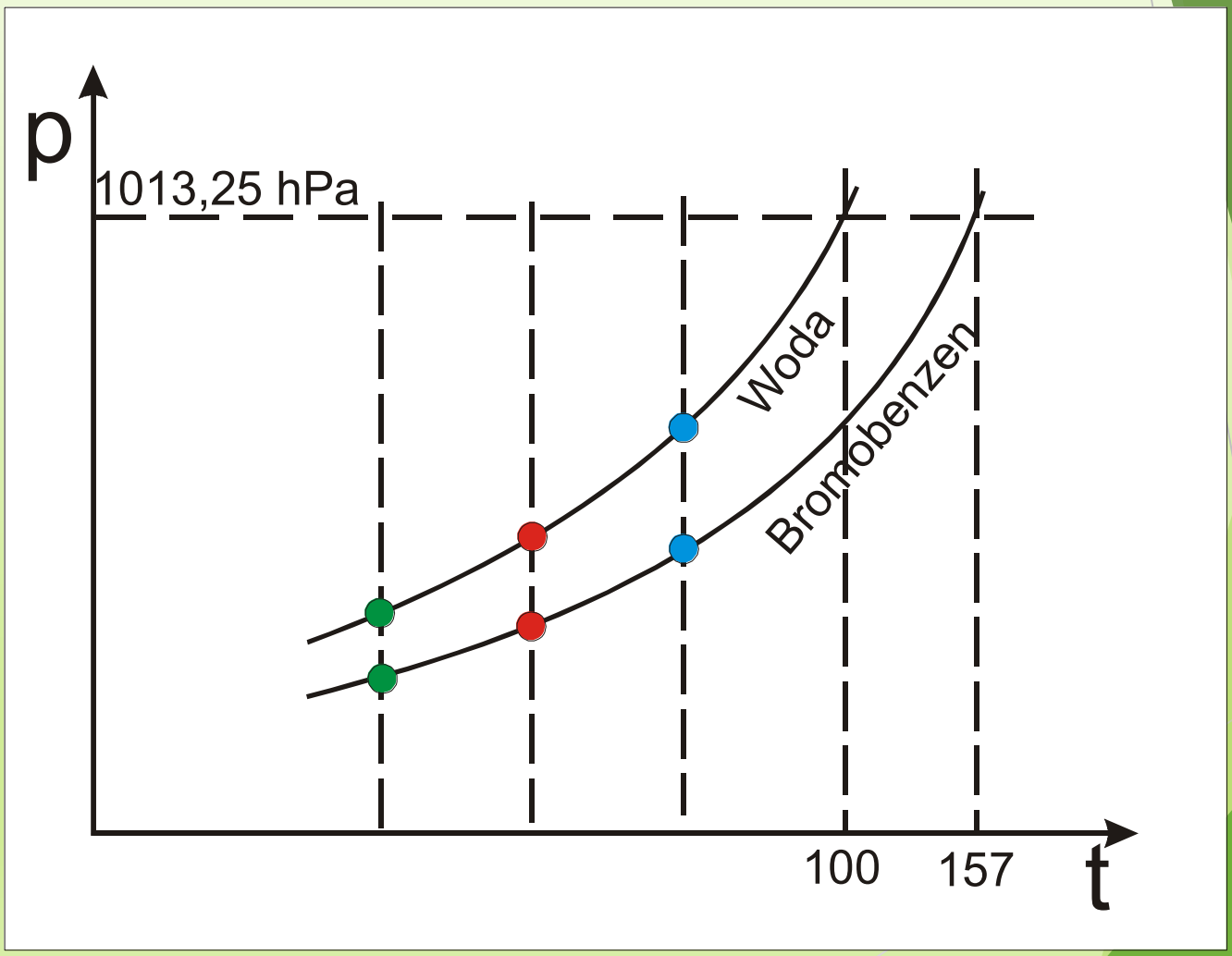
I. Prężność par nad mieszaniną jest równa sumie prężności par nad poszczególnymi składnikami

II. Ciecz wrze gdy prężność par nad cieczą osiągnie ciśnienie zewnętrzne

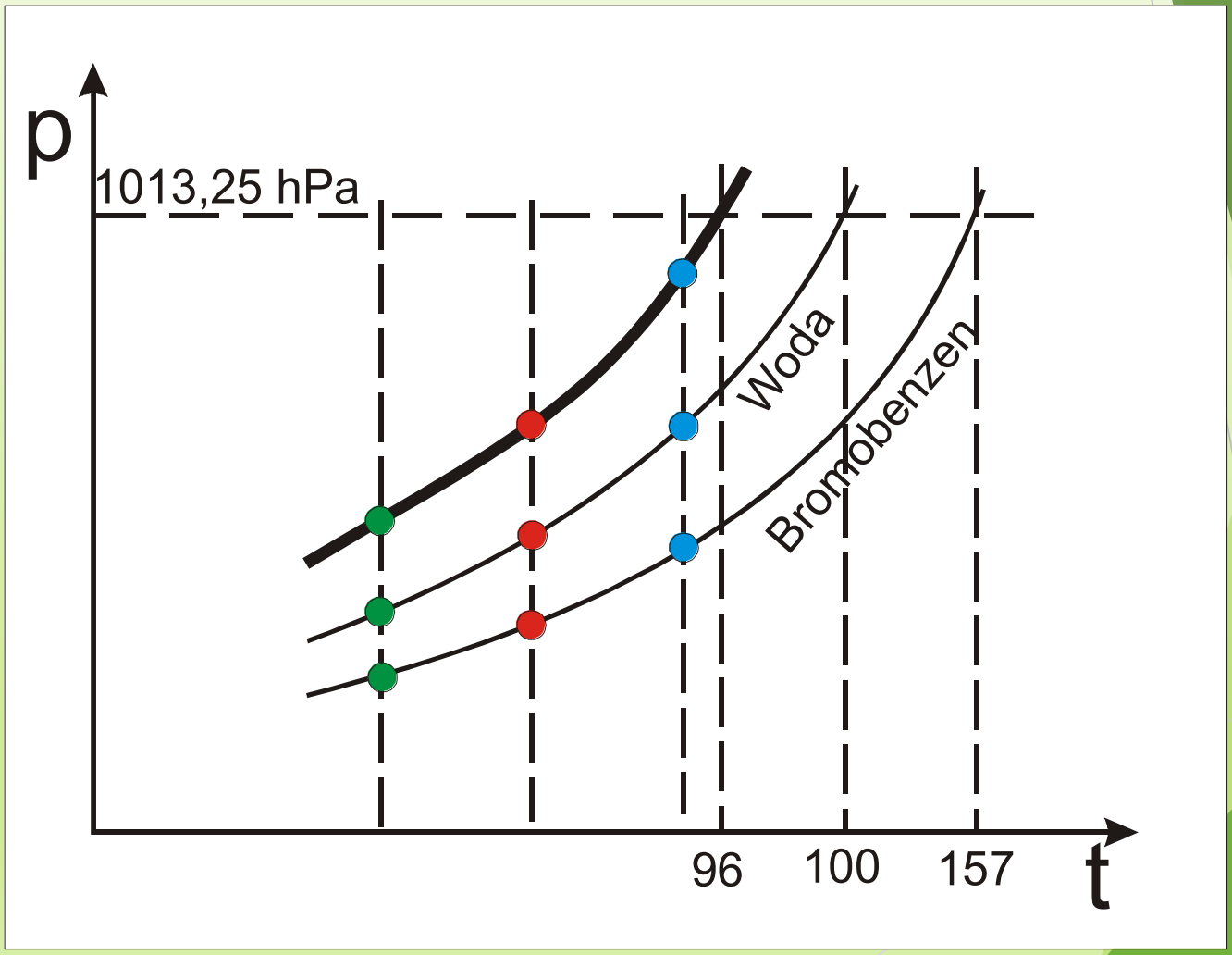
Destylacja z parą wodną



Destylacja z parą wodną



Destylacja z parą wodną



Krystalizacja

Krystalizacja jest najlepszym sposobem oczyszczania substancji stałych. Polega ona na wykorzystaniu różnej rozpuszczalności substancji i jej zanieczyszczeń w odpowiednio dobranym rozpuszczalniku

Etapy krystalizacji

1. Rozpuszczenie substancji w gorącym rozpuszczalniku

2. Przesączenie roztworu (oddzielenie nierozpuszczalnych zanieczyszczeń), oczyszczanie węglem aktywnym.

3. Ochłodzenie roztworu - krystalizacja substancji

4. Odsączenie przemycie i suszenie otrzymanych kryształów

Krystalizacja

Szybki spadek temperatury – dużo małych kryształów

Gips $CaSO_4\,2H_2O$

Krystalizacja

Wolny spadek temperatury – mało dużych kryształów

Celestyn $SrSO_4$

Fluoryt CaF_2

Wirowanie

15.000 obr/min. 2 ml

6.000 obr/min. 50 ml

Wirówka z chłodzeniem
4^0C w 16 min

Dziękuję za uwagę