

GRAVIMETRIJA

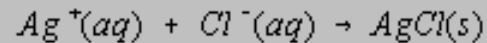
GRAVIMETRIJA je analitska tehnika, pri kateri stabilno trdno spojino z znano stehiometrijo tehtamo.

Količino analita določimo s tehtanjem.

- Obarjanje
- Čistost
- Sušenje in segrevanje
- Tehtanje

Gravimetrija je ena od klasičnih metod analize, ki se pogosto uporablja kot referenčna metoda.

Če je en element prisoten v mešanici, npr. Ag v mešanici z Ni, ju ločimo tako, da vzorec raztopimo v ustreznem topilu. Nato dodamo reagent, ki obori eno komponento selektivno.



Ko AgCl oborimo, ga filtriramo, speremo in posušimo. Tehtanje je hitro in natančno.

Uporabna za določanje kovin v jeklu in mineralov v zemlji.

OBARJANJE

Tvorba stabilne oborine

- Vzorec se more popolnoma raztopiti v ustreznem topilu.
- Segrevanje: hitrejša reakcija, oborina je bolj zrnata.
- Izbira obarjalnega reagenta:
oborina, ki se tvori naj bo čim bolj netopna (da ostane čim manj analita v raztopini)
stehiometrično razmerje naj bo čim bolj ugodno in jo je čim več (čim večja masa)
- GRAVIMETRIČNI FAKTOR.

Gravimetrični faktor - primer

Primer: Al (aluminijeve ione!) lahko oborimo in oborino segrevamo, da dobimo aluminijev oksid Al_2O_3 (10 mg Al da 18.9 mg oborine) ali pa uporabimo

8-hidroksikinolin ($\text{C}_9\text{H}_6\text{ON}$) in dobimo iz 10 mg Al 170 mg oborine.

- Obarjalni reagent dodajamo počasi med mešanjem, raztopine so primerne temperature.

- Preverimo ali je proces obarjanja končan, tako da pustimo, da se oborina sesede na dno. Če se obarjanje (ob dodajanju reagenta) ne nadaljuje, je reakcija potekla do konca. Če je raztopina motna, se je tvoril KOLOID.
- Reakcijsko mešanico filtriramo. Uporabimo kvantitativen filtrirni papir ali sintrano steklo ali porcelan.
- Čiščenje oborine: spiranje, da odstranimo sledi topila. Pazimo, da je ne raztopimo. Spiramo z raztopino iona, ki zmanjša topnost oborine.

Primer:

- 0,18 g PbSO_4 speremo z 1 dm^3 dest. H_2O . Pri tem raztopimo 0,046 g ali 25% oborine.

($K_{\text{sp}} = 2,3 \cdot 10^{-8}$).

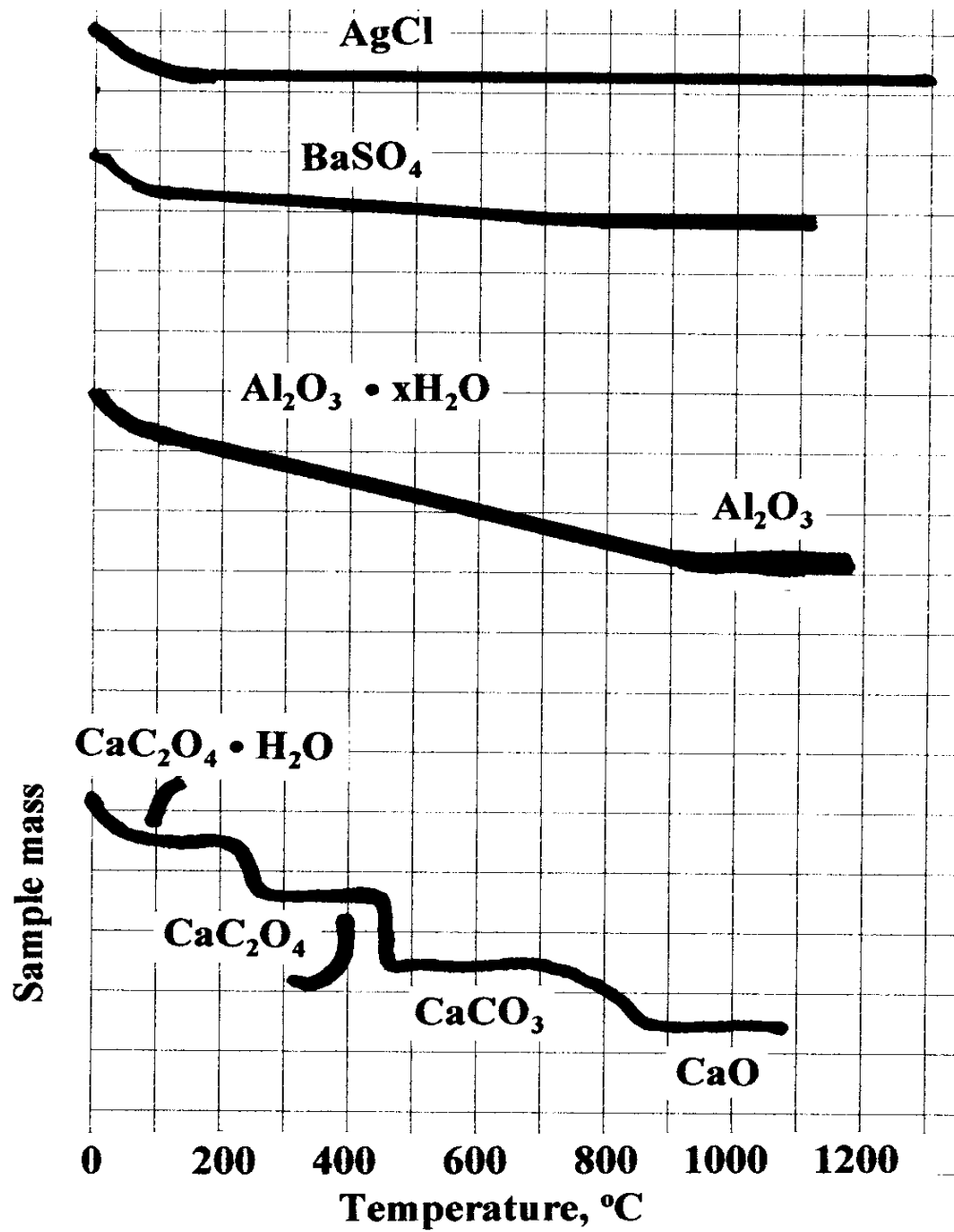
Če speremo oborino z 1 dm^3 0,01 M H_2SO_4 raztopimo 0,7 mg oborine (0,4%).

- Sušenje oborine:

odstranitev vode, po filtriranju sušenje v eksikatorju.

Vakuumski eksikatorji, odstranitev vode pri nižjih temperaturah.

- Tehtanje. Ne tehtaj vlažnih vzorcev!



TERMOGRAVIMETRIJA

- Termične metode, ki se ukvarjajo s spremembami pri segrevanju vzorca. Merimo spremembo v masi. Spremembe v masi so povezane z razgradnjo, izgubo hlapnih komponent in reakcijami z atmosfero.

Osnovne tehnike termične analize

Termogravimetrija (TG) in (TGA)

- Spremembe v masi
- Razgradnja in oksidacija

Diferenčna termična analiza (DTA)

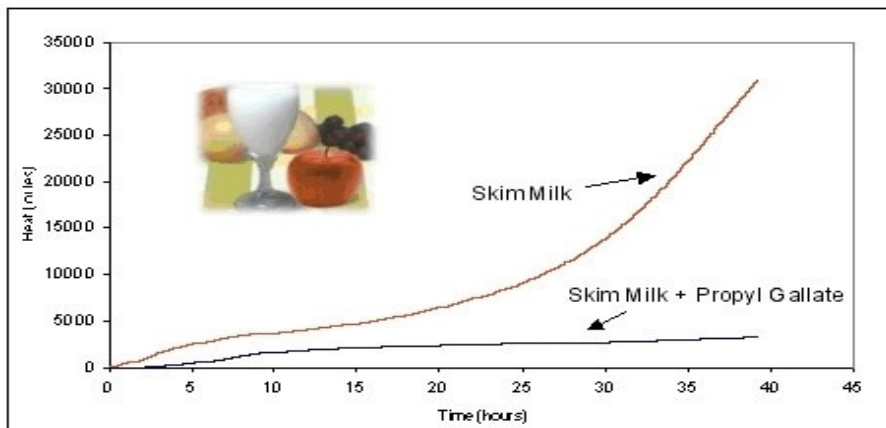
- Temperaturne razlike
- Fazne spremembe, reakcije

Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC)

- Toplotni tok
- Fazne spremembe, reakcije, toplotna kapaciteta

Termomehanska analiza (TMA)

- Deformacije
- Ekspanzije

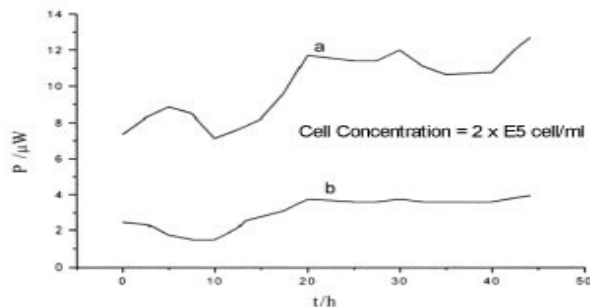


Energy
Time

Isothermal microcalorimeters are powerful tools for monitoring complex biological systems. In the example shown here skim milk was monitored at 25 C for 40 hours with the expected take-off caused by bacteria growth and other bio-processes.

The data shows that addition of propyl gallate stabilized the sample. This technique is easy to perform and has a wide range of applications in the pharma and food industries. It can also be applied to monitoring the stability of emulsions under different conditions.

Vendors have instruments capable of running many samples simultaneously.



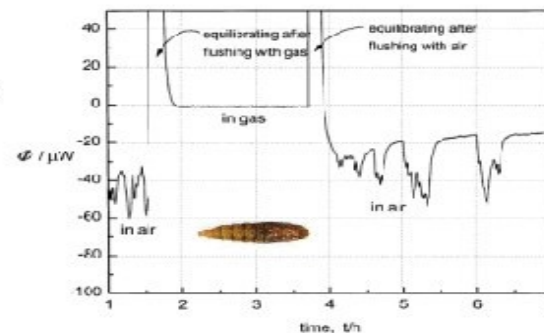
This technique is also useful for rapidly screening the effectiveness of antibiotics and chemotherapy compounds.

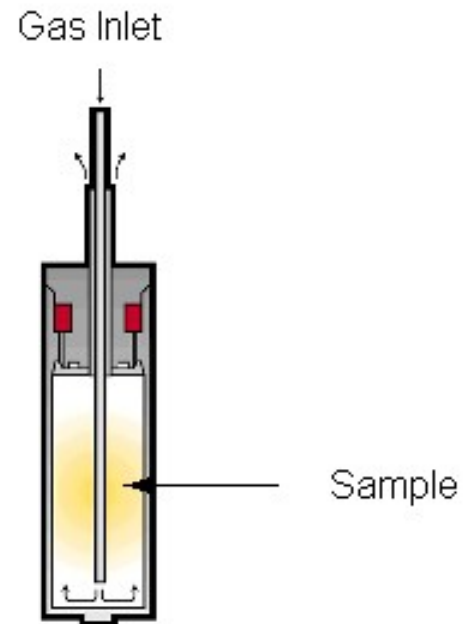
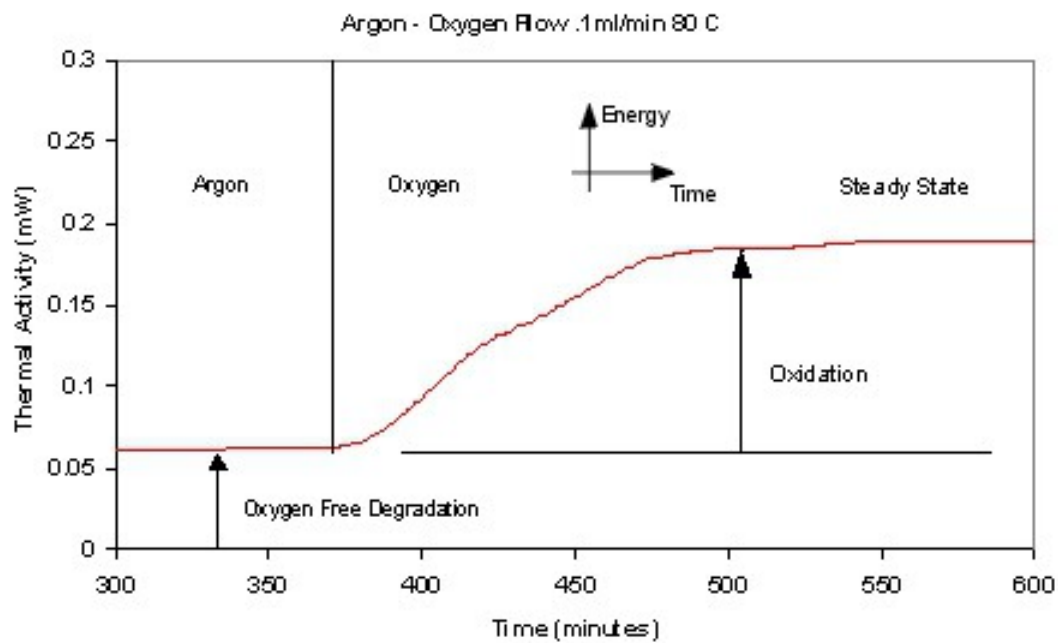
Energy
Time

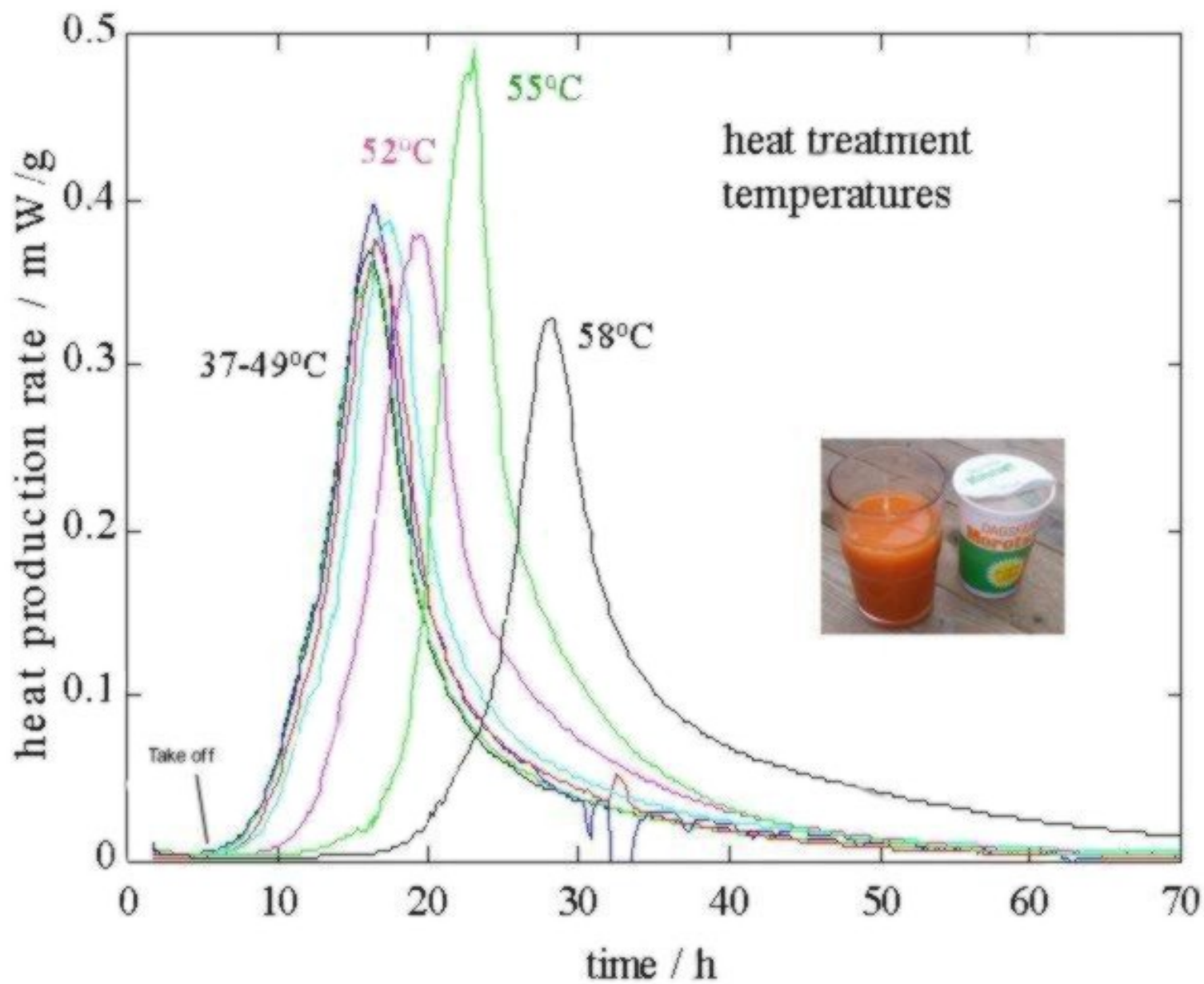
Fig. 3. Thermogenesis curves of K-562 cell line at 40°C. (a) Control, and (b) +5 μg Carmofur.

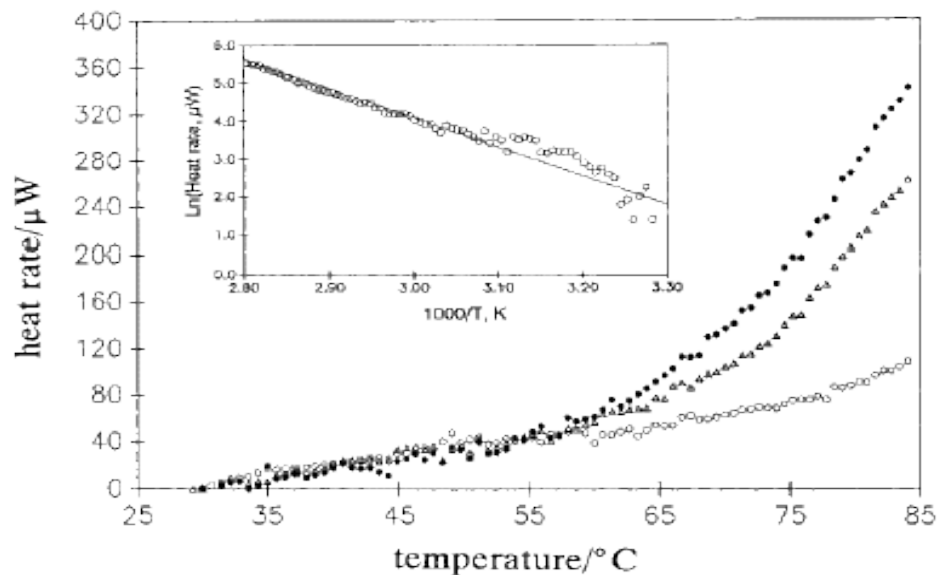
L. Yonen et al./Thermochimica Acta 369 (2001) 51–57

Exposing live insects to gas or liquids permits rapid screening of insecticide formulations. Since all metabolic processes are measured the technique works well with pupa which are difficult to monitor by eye.

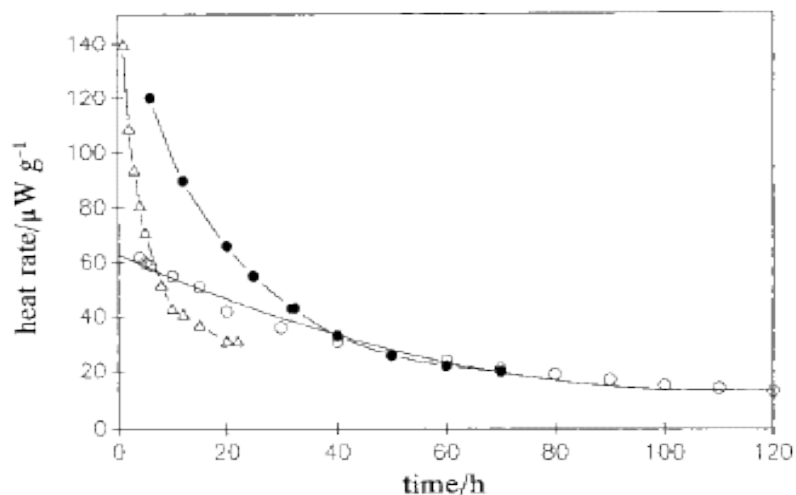








Heat rate from degradation reactions as a function of temperature for 350 (●), 255 (Δ), and 140 mg (○) samples of pineapple concentrate. The temperature was increased at 7°C h^{-1} . The inset is an Arrhenius plot of the data for the 350 mg sample.



Isothermal heat rate from identical samples of pineapple concentrate at 60 (○), 70 (●), and 80 $^{\circ}\text{C}$ (Δ) in air.