

VODA

<http://www3.interscience.wiley.com/cgi-bin/bookhome/109880499?CRETRY=1&SRETRY=0>

Charakteristické vlastnosti vody využívané v analytických metodách

- chemická reaktivita
- těkavost, rozpouštěcí schopnost
- elektrické vlastnosti (vysoká dielektrická konstanta, vodivost, absorpce magnetické resonance)
- tepelná vodivost

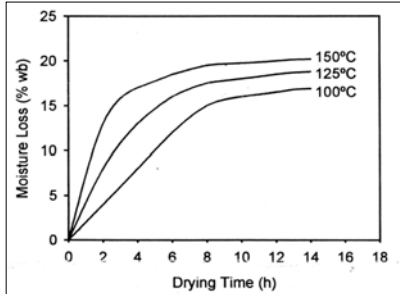
1. FYZIKÁLNÍ METODY

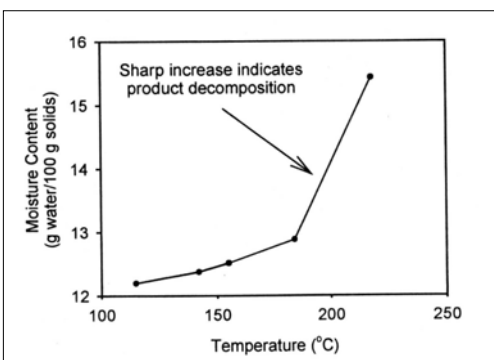
(i) STANOVENÍ VODY SUŠENÍM - GRAVIMETRIE

- *Odstranění vody teplem a gravimetrické zjištění úbytku hmotnosti*
záhřev za definovaných podmínek (teplota, čas, tlak, vlhkost)

▪ **SUŠENÍ V TERMOSTATU**

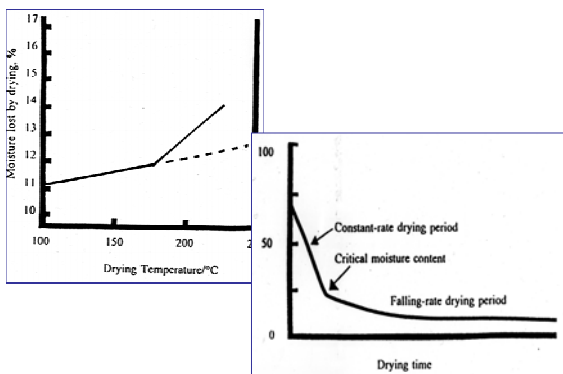
Průběh sušení při různých teplotách:





Vliv teploty sušení na stanovený obsah vlhkosti – vyšetření mouky

▪ **VAKUOVÉ SUŠENÍ (60 – 70 °C)**



(ii) ELEKTROMETRICKÉ METODY

nedestruktivní, jednoduché (často terénní) metody

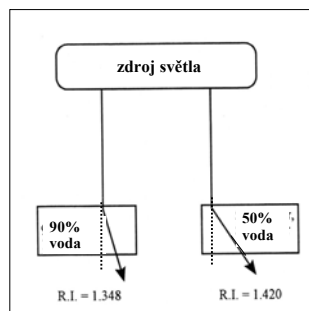
- **Měření elektrické vodivosti** (konduktivity) – stejnosměrný nebo střídavý proud
- **Měření permitivity** (kapacitance)
- vysoká dielektrická konstanta vody (při 20°C = 81)

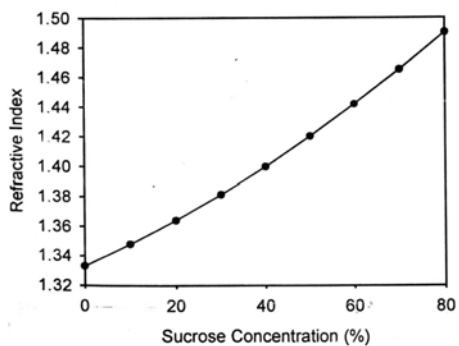
$$C = \epsilon C_0$$

(iii) REFRAKTOMETRICKÉ METODY

- měření indexu lomu

Schema refraktometru
pro stanovení vlhkosti

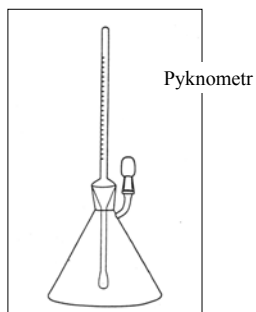




Index lomu vodných roztoků sacharózy jako funkce koncentrace (20°C)

(iv) DENSIMETRICKÉ METODY

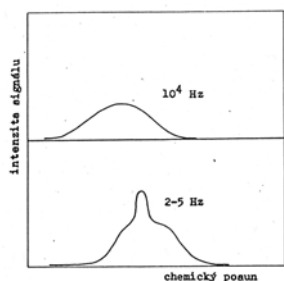
- měření hustoměrem
- měření pyknometrem



(v) METODY NMR SPEKTROMETRIE

➤ *měření nukleárních vlastností vodíku ^1H vody*
(absorbce energie v magnetizovaném vzorku)

- nedestruktivní, rychlá a velmi přesná metoda pro obsahy vlhkosti 5 - 100 %, nezávisí na velikosti částic
- možnost rozlišení volné a vázané vody (vysokorozlišovací NMR)



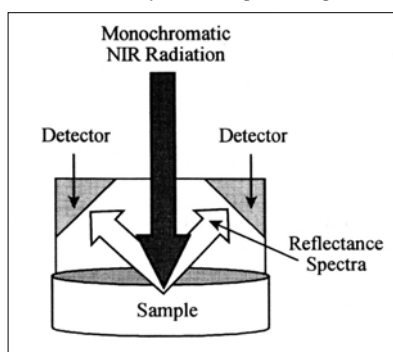
Stanovení vody metodou NMR spektrometrie

(vi) METODY INFRAČERVENÉ
SPEKTROMETRIE

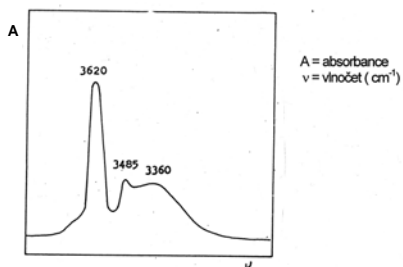
➤ měření absorpce energie v blízké IR oblasti
spektra

➤ měření signálů odraženého záření
kalibrace pomocí vzorků o známé vlhkosti

Schéma NIR reflektanční spektroskopie



Stanovení vody metodou infračervené spektrofotometrie

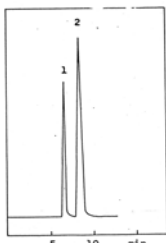


metoda NIRS (Near-Infrared-Reflectance- Spectroscopy)
NIR : 0.8 - 2.5 μm

(vii) METODA PLYNOVÉ CHROMATOGRAFIE

- *extrakce vzorku bezvodým rozpouštědlem → separace směsi pomocí GSC → kvantifikace*

Stanovení vody v mase metodou GSC



Detektor: **tepelně vodivostní** (katharometr)
Kolona: 1200 x 3 mm
Stacionární fáze: Porapak Q
Teploty: $t_i = 200\text{ °C}$
 $t_k = 120\text{ °C}$

1 = voda
2 = methanol

(viii) TERMICKÁ ANALÝZA

- *stanovení volné, vázané vody (hydratace, dehydratace)*

Přehled metod termické analýzy

Metoda	Sledovaná veličina
• termogravimetrie (TG)	změna hmotnosti
• diferenční termogravimetrie (DTG)	derivace změny hmotnosti
• diferenční termická analýza (DTA)	teplotní rozdíl mezi vzorkem a srovnávací látkou

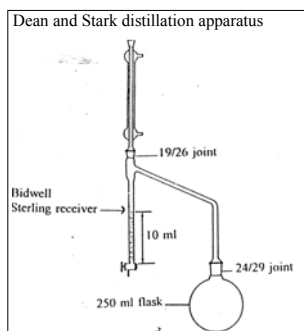
(ix) DESTILAČNÍ METODY

- ➤ *vydestilování samotné vody*

- *azeotropní destilace s organickým nemísitelným rozpouštědlem*

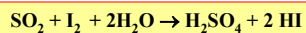
Další metody:

kryoskopické, ebullioskopické, spektrofotometrické



2. CHEMICKÉ METODY

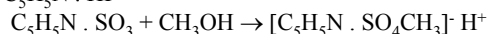
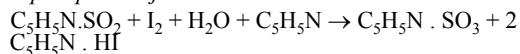
(i) METODA K. FISCHERA



Fischerovo činidlo I : $\text{CH}_3\text{OH} + \text{SO}_2 + \text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, resp.
 $\text{CH}_3\text{OH} + \text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{SO}_2$

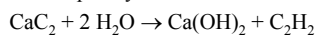
Fischerovo činidlo II : $\text{CH}_3\text{OH} + \text{I}_2$

Komplex probíhajících reakcí:

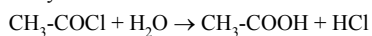


Další metody (historické)

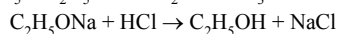
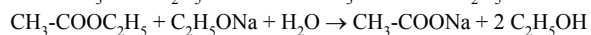
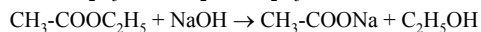
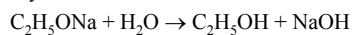
- reakce s karbidem vápenatým



- hydrolýza acetylchloridu



- hydrolýza ethylacetátu



Stanovení aktivity vody a rovnovážné relativní vlhkosti vzduchu

$$a = \frac{\varphi}{100}$$

Φ - rovnovážná relativní
vlhkost obklopující produkt

Alternativní způsoby stanovení aktivity vody

- ze snížení bodu tuhnutí vzorku,
- z relativní rovnovážné vlhkosti okolního vzduchu
- měření rosného bodu

Nejběžnější varianta stanovení

- určí se hodnota φ z přírůstku nebo úbytku vody v uzavřeném prostoru o známé hodnotě φ (statické metody) nebo v systému s proudícím vzduchem o známé hodnotě φ (dynamické metody)

- vážkové, instrumentální metody (vlasové a elektronické hygrometry, psychrometry, manometry)
