

***SPEKTROMETRIJSKE METODE
ANALIZE
- odabrana poglavlja -***

Mustafa Memić

Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Sarajevu

Sarajevo, 2012.

Naslov: **SPEKTROMETRIJSKE METODE ANALIZE - odabrana poglavlja -**

Autor: **Mustafa Memić**

Izdavač: **Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Sarajevu**

Za izdavača: **Prof. Dr. Rifat Škrijelj, dekan**

Recezeni: **Prof. Dr. Tidža Muhić-Šarac, Prirodno-matematički fakultet Univerziteta u Sarajevu**

Prof. Dr. Aida Šapčanin, Farmaceutski fakultet Univerziteta u Sarajevu

Štampa: **DEA print, Sarajevo**

Tiraž: **300 primjeraka**

CIP - Katalogizacija u publikaciji
Nacionalna i univerzitetska biblioteka
Bosne i Hercegovine, Sarajevo

543.4(075.8)

MEMIĆ, Mustafa

Spektrometrijske metode analize : odabrana poglavlja / Mustafa Memić. - Sarajevo : Prirodno-matematički fakultet Univerziteta Sarajevo, 2012. - 158 str. : ilustr. ; 24 cm

Bibliografija: str. 154-155. - Registar

ISBN 978-9958-592-29-4

COBISS.BH-ID 19723014

SADRŽAJ

1.	UVOD	1
1. 1.	Preteče spektrometrije - kolorimetrija i fotometrija	1
1. 2.	Boja uzorka i apsorpcija	4
1. 3.	Spektrometrijske (spektroskopske) metode	6
1. 3. 1.	<i>Podjela spektrometrijskih metoda</i>	7
2.	ELEKTROMAGNETNO ZRAČENJE	9
2. 1.	Svojstva talasa elektromagnetnog zračenja	9
2. 2.	Svojstva čestica elektromagnetnog zračenja	11
2. 3.	Elektromagnetni spektar	11
3.	APSORPCIJA I EMISIJA ZRAČENJA	13
3. 1.	Apsorpcija zračenja	13
3. 1. 1.	<i>Atomska i molekulska apsorpcija</i>	17
3. 2.	Emisija elektromagnetnog zračenja	20
3. 3.	UV/VIS spektri za molekule i jone	21
3. 4.	Kvalitativna UV/VIS analiza	23
3. 5.	Kvantitativna analiza	26
3. 5. 1.	<i>Transmitansa i apsorbanza</i>	26
3. 5. 2.	<i>Apsorbanza i koncentracija: Beerov zakon</i>	28
3. 5. 3.	<i>Metode određivanja koncentracije elemenata</i>	34
3. 6.	Ograničenja Beerovog zakona	40
3. 6. 1.	<i>Osnovna ograničenja</i>	41
3. 6. 2.	<i>Hemijska ograničenja Beerovog zakona</i>	43
3. 6. 3.	<i>Instrumentalna ograničenja Beerovog zakona</i>	45
3. 6. 4.	<i>Greške tokom mjerenja apsorbanse</i>	48
3. 7.	Analiza smjese dvije ili više komponenti	50
3. 8.	Spektrofotometrijske titracije	54
3. 9.	Molekularna fotoluminiscentna spektrometrija	56
3. 9. 1.	<i>Mehanizam nastanka fluorescencije i fosforescencije</i>	56
3. 9. 2.	<i>Molekulski fluoerescencijski i fosforescencijski spektri</i>	58
3. 9. 3.	<i>Instrumenti za spektrofluorimetriju</i>	59
3. 9. 4.	<i>Primjena molekulske luminiscencije za kvantitativnu analizu</i>	60
3. 10.	Hemiluminiscencija i bioluminiscencija	62
4.	OSNOVNE KOMPONENTE SPEKTROMETRIJSKIH INSTRUMENATA	63
4. 1.	Izvori zračenja	63
4. 1. 1.	<i>Izvori kontinuiranog zračenja</i>	64
4. 1. 2.	<i>Izvori diskontinuiranog zračenja</i>	68
4. 1. 3.	<i>Hemijski izvori energije</i>	74
4. 2.	Selektori talasnih dužina	75

4. 2. 1.	<i>Filteri</i>	75
4. 2. 2.	<i>Monohromatori</i>	78
4. 2. 3.	<i>Interferometar</i>	82
4. 3.	Detektori zračenja	83
4. 3. 1.	<i>Vizuelna detekcija</i>	84
4. 3. 2.	<i>Fotografska detekcija</i>	84
4. 3. 3.	<i>Radiometrijska (toplinska) detekcija</i>	85
4. 3. 4.	<i>Fotoelektrična (fotoelektronska) detekcija</i>	85
4. 4.	Procesori signala	88
4. 5.	Spremnici za uzorke	88
5.	INSTRUMENTI (SPEKTROMETRI) ZA MJERENJE U UV/VIS OBLASTI SPEKTRA	90
5. 1.	Spektrometri sa jednom zrakom	92
5. 2.	Spektrometar sa dvije zrake	92
5. 3.	Višekanalni spektrometri (spektrometri sa nizom detektora)	94
5. 4.	Spektrometri sa sondom za <i>in situ</i> analizu (analizu na daljinu)	95
6.	ATOMSKA APSORPCIJSKA SPEKTROMetriJA (AAS)	96
6. 1.	Mjerenja kod atomske apsorpcije	96
6. 2.	Instrumenti kod AAS	97
6. 2. 1.	<i>Izvori zračenja kod AAS</i>	98
6. 3.	Atomizacija	100
6. 3. 1.	<i>Plameni atomizeri</i>	100
6. 3. 2.	<i>Elektrotermalni (elektrotoplinski) atomizeri</i>	103
6. 4.	Usporedba plamene tehnike sa grafitnom tehnikom	105
6. 5.	Druge metode atomizacije	106
6. 5. 1.	<i>Hidridna tehnika</i>	107
6. 5. 2.	<i>Tehnika hladnih para</i>	109
6. 6.	Biranje talasne dužine i širine pukotine	109
6. 7.	Kvantitativne primjene AAS	112
6. 7. 1.	<i>Izbor metode atomizacije</i>	112
6. 7. 2.	<i>Pripremanje uzorka za analizu</i>	112
6. 8.	Smetnje (interferencije) kod atomske apsorpcijske spektrometrije	113
6. 8. 1.	<i>Spektralne interferencije</i>	113
6. 8. 2.	<i>Hemijske interferencije</i>	114
6. 9.	Korekcija pozadinskog zračenja	115
6. 9. 1.	<i>Korekcija pozadinskog zračenja pomoću kontinuiranog izvora zračenja</i>	116
6. 9. 2.	<i>Korekcija pozadinskog zračenja pomoću Zeemanovog efekta</i>	117

	v	
6. 10.	Matriks modifikatori	118
7.	ATOMSKA EMISIJSKA SPEKTROMETRIJA	120
7. 1.	Plamena emisijska spektrometrija	120
7. 1. 1.	<i>Instrumenti za plamenu emisijsku spektrometriju</i>	122
7. 2.	Atomska fluorescentna spektrometrija	123
7. 3.	Emisijska spektrometrija zasnovana na plazma izvorima pobuđivanja	124
7. 3. 1.	<i>Primjena indukovano kuplovane plazme (ICP)</i>	126
7. 3. 2.	<i>Prednosti i nedostaci korištenja ICP</i>	126
7. 4.	Kombinovanje ICP sa AES i MS	126
7. 4. 1.	<i>Indukovano kuplovana plazma - atomska emisijska spektrometrija (ICP-AES)</i>	127
7. 4. 2.	<i>Indukovano kuplovana plazma - masena spektrometrija (ICP-MS)</i>	127
8.	OSNOVNI KRITERIJI ZA IZBOR ODGOVARAJUĆE ATOMSKE SPEKTROMETRIJSKE TEHNIKE	129
8. 1.	Detekcijski limiti atomskih spektrometrijskih tehnika	129
8. 2.	Analitičko radno područje	131
8. 3.	Brzina mjerenja koncentracija i veličina uzorka	132
8. 4.	Cijena instrumenata	133
8. 5.	Druge bitne karakteristike mjernih tehnika za uspješnu analizu uzorka	133
9.	SPEKTROMETRIJSKE METODE SA X - ZRAKAMA	135
9. 1.	Metode zasnovane na apsorpciji X - zračenja	139
9. 2.	Fluorescentne metode zasnovane na X - zračenju ili X - ray fluorescencijentna spektrometrija (XRF)	141
9. 2. 1.	<i>Instrumenti u fluorescentnoj spektrometriji X - zraka</i>	143
9. 2. 2.	<i>Kvalitativna i semikvantitativna analiza</i>	143
9. 2. 3.	<i>Kvantitativna analiza</i>	144
9. 2. 4.	<i>Prednosti i nedostaci fluorescentne spektrometrije X - zraka</i>	145
9. 3.	Metode zasnovane na difrakciji X - zračenja ili X - ray difrakcione metode (XRD)	146
9. 3. 1.	<i>Kvalitativna analiza</i>	147
9. 3. 2.	<i>Kvantitativna analiza</i>	149
10.	TURBIDIMETRIJA I NEFELOMETRIJA	151
	LITERATURA	154
	INDEKS	156

PREDGOVOR

Udžbenik *SPEKTROMETRIJSKE METODE ANALIZE* – odabrana poglavlja, namijenjen je prije svega studentima Odsjeka za hemiju, Prirodno-matematičkog fakulteta pa je i odabir metoda koje su uključene u tekst udžbenika izvršen prema metodskim jedinicama koje su zastupljene u aktuelnom modulu kursa „Odabrane spektroskopske metode analize“ koji studenti slušaju u okviru prvog ciklusa studija. Udžbenik može biti od koristi i studentima ostalih, srodnih fakulteta koji žele da steknu više znanja o primjeni spektrometrijskih instrumenata u analizi materijala od njihovog interesa. To su prije svega studenti nauka o okolišu, hemijskog inženjersva, rudarstva i metalurgije, geologije, farmacije, medicine, agronomije, biohemije, biologije i drugi. Preduslov da se studenti mogu služiti ovim udžbenikom u nadgradnji svoga znanja jeste da su barem jednu školsku godinu slušali opštu analitičku hemiju, jer su ovdje samo neka određena analitička gledišta naglašena, ali je mnogo osnovnog materijala izostavljeno.

Opšti cilj je bio opisati važne moderne spektrometrijske metode sa dovoljno teorije za njihovo razumijevanje i predstaviti značajane karakteristike dijelova pojedinih spektrometrijskih instrumenata. Cilj nije bio pisanje kompletnog kataloga analitičkih instrumenta, već opisati instrumente općenito prema njihovom tipu i karakteristikama koje posjeduju a koje su od posebnog interesa i objasniti principe koji su osnova za različite tipove instrumentalne analize. Posebno su istaknute mogućnosti i ograničenja pojedinih metoda, odnosno instrumenata. Poznato je da se dešavaju brze promjene i poboljšanja na komercijalnim instrumentima pa će pojedini opisi instrumenta zastarjeti, međutim, principi koji se nauče mogu se prenijeti na novu opremu koja se pojavljuje na tržištu.

S obzirom da analitičar koristi komercijalne instrumente za određivanje različitih elemenata ili spojeva, naglasak nije na određeni sistem koji se mjeri nego na korisnost nekoliko tipova instrumenata.

Kako prosječno opremljena laboratorija ne posjeduje sve tipove, pogotovu skupih instrumenata, detaljnije su opisani instrumenti koji su najvjerovatnije dostupni u svim laboratorijama za edukaciju studenata.

Na kraju, ne treba očekivati da svi oni koji se budu služili ovim udžbenikom postanu i eksperti u nekom od specijaliziranih područja instrumentalnih tehnika koje su u knjizi obrađene već da na jednom mjestu mogu pronaći odgovore na mnoga pitanja iz ove oblasti.