

# INSTRUMENTALNE METODE ANALIZE

## UVOD

---

---

---

---

---

---

---

---

### Literatura

- D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler  
**Fundamentals of Analytical Chemistry,**  
Saunders College Publ.
- D.C. Harris  
**Quantitative Analytical Chemistry,**  
Freeman
- G.D Christian  
**Analytical Chemistry,**  
Wiley and sons

---

---

---

---

---

---

---

---

### Literatura

- Spletna učilnica

---

---

---

---

---

---

---

---

## ANALIZNA KEMIJA

*Del kemije, ki obravnava separacije, identifikacije in določitev posameznih komponent v vzorcu.*

*Vključuje tudi obravnavo kemijskih ravnotežij*

*in uporabo statističnih metod pri obravnavi rezultatov.*

---

---

---

---

---

---

---

---

## ANALIZNA KEMIJA

• *Opredeljevanje in preiskava snovi*

- ELEMENTNA ANALIZA
- ANALIZA FUNKCIONALNIH SKUPIN
- UGOTAVLJANJE STRUKTURE
- IDENTIFIKACIJA SNOVI

• **DOLOČEVANJE ANALITOV V RAZLIČNIH VZORCIH (OSNOVAH)**

---

---

---

---

---

---

---

---

## ANALIZNA KEMIJA

### PODROČJA:

- kontrola snovi in proizvodov
- razvoj novih materialov in tehnologij
- osnovne raziskave v naravoslovju
- farmacija
- BIOKEMIJA, klinična kemija
- kemija okolja
- biotehnologija
- geologija
- .....

---

---

---

---

---

---

---

---

## Kriza z mlekom v prahu



---

---

---

---

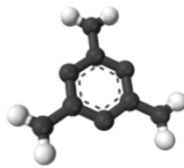
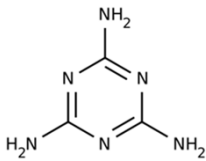
---

---

---

---

## Melamin



---

---

---

---

---

---

---

---

## Kako deluje melamin?

Melamin, ki je bogat z dušikom, se uporablja za prikrivanje razredčenosti mleka, saj navidezno zviša vsebnost beljakovin. Odrasli naj ne bi zboleli, razen v primerih, če bi popili več kot dva litra okuženega mleka dnevno.

---

---

---

---

---

---

---

---

### Melamin in analizna kemija

J Assoc Off Anal Chem. 1987 May-Jun;70(3):457-60.

#### **Liquid chromatographic determination of melamine in beverages.**

**Ishiwata H, Inoue T, Yamazaki T, Yoshihira K.**

A liquid chromatographic method is described for the determination of melamine in beverages. Melamine is separated by column chromatography using cation and anion exchange resin and determined by ion-pair liquid chromatography using an ODS column and a mixture of acetonitrile and 0.05M phosphate buffer (pH 3.0) containing 0.005M sodium 1-laurylsulfate (1 + 4, v/v) as mobile phase. Recoveries of melamine ranged between 90.3 +/- 7.8 and 102.1 +/- 5.6% at levels of 0.6 to 2.4 ppm in 4 kinds of beverages. The quantitation limit was 2.5 micrograms melamine in 50 mL beverage. The method was applied to the migration test of melamine from melamine-formaldehyde resin products to the beverages.

PMID: 3610957 [PubMed - indexed for MEDLINE]

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

### Doping v športu in analizna kemija

- Anaboliki: (steroidi)
- Hormoni: eritropoetin (EPO), rastni hormoni (somatotropin), inzulin,
- $\beta_2$ -agonisti
- Anti estrogeni
- Diuretiki
- Poživila (amfetamin, kokain)

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

### Doping v športu in analizna kemija



---

---

---

---

---

---

---

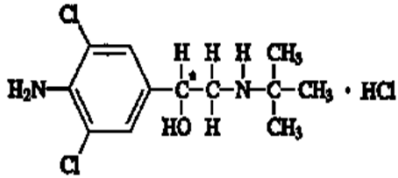
---

---

---

## CLENBUTEROL

4-Amino- $\alpha$ -[(tert-butylamino)methyl]-3,5-dichlorobenzyl alcohol hydrochloride (IUPAC)



---

---

---

---

---

---

---

---

### Clenbuterol: METHODS OF ANALYSIS RESIDUES IN TISSUES AND MILK

There are more than one hundred methods, published in the open literature since 1990, for the determination of residues of clenbuterol and other similar  $\beta$ -agonists in biological samples. The methods for screening include EIA, HPLC and GCMS.

---

---

---

---

---

---

---

---

- The method is based on GC-MS. Samples of muscle and liver were prepared by maceration and digestion with enzymes (subtilisin) followed by extraction with reversed phase material (C-18 Sep-Pack), cleanup by solvent distribution and derivatisation (silylation). The ion  $m/z$  351 was used for quantification (Schmid & Bucheler, 1987). A very similar method is described for milk (Schmid, 1990a). Specificity was demonstrated against matrix "blanks". It was shown that trimethoprim and sulfadiazine, which may be co-administered with clenbuterol, did not interfere with the assay. Clenbuterol metabolites have different lipophilicity, and molecular weights and so would not be expected to interfere. The LOQ was stated to be 0.100  $m g/kg$ . However acceptable accuracy and precision were not demonstrated at this concentration and linearity was shown only over the range 0.250-2  $m g/kg$ . The method was adapted for measuring residues in milk (Schmid, 1990a). Linearity for clenbuterol was achieved over the range 0.125-1  $m g/l$  with recoveries of  $^{14}C$ -clenbuterol of 77-106%. The claimed LOQ is 0.050  $m g/l$  but no data is presented to support this.

---

---

---

---

---

---

---

---

## Okoljski problemi in analizna kemija

- Vode (kovine, pesticidi, organske snovi- npr. ftalati)
- Zrak (SO<sub>2</sub>, N- oksidi ogljikovodiki, prekursorji ozona...)
- Zemlja (kovine, pesticidi, ...)
- Hrana (konzervansi, dodatki, amini...)

---

---

---

---

---

---

---

---

- **Novica** 12.06.2008 Ftalati v Bio-ekstra deviškem oljčnem olju
- Zdravstveni inšpektorat Republike Slovenije je v okviru uradnega nadzora vzorčil oljčno olje. Vzorec je bil analiziran na prisotnost onesnaževal - ftalatov v laboratoriju v Švici. Rezultati kemijskih preiskav vzorca so pokazali preseženo vsebnost ftalatov, zato je bil vzorec, na podlagi ocene tveganja za zdravje potrošnikov, ki je bila izdelana s strani toksikologov Inštituta za varovanje zdravja, ocenjen kot nevaren za prehrano ljudi

---

---

---

---

---

---

---

---

- Ftalati (estri ftalne kisline) so skupina snovi, ki se v največji meri uporabljajo v proizvodnji polivinil klorida (PVC) za izboljšanje elastičnih lastnosti plastičnih mas. Nahajajo se lahko tudi v pokrovčkih steklenic in druge embalaže za živila. Ftalati niso kemično vezani na PVC in se iz materialov lahko sproščajo skozi celotno življenjsko dobo izdelka. Izpostavljenost ljudi ftalatom poteka preko različnih poti vnosa v človeški organizem – z vdihavanjem, skozi kožo in z zaužitjem.
- Obstaja sum, da lahko kronična, dolgotrajna izpostavljenost preseženih vsebnosti ftalatom, škodljivo vpliva na jetra, ledvica in organe za reprodukcijo, zato je izpostavljenost ljudi, posebej otrok, ftalatom nezaželena.

---

---

---

---

---

---

---

---



- Kozmetika vsebuje škodljive kemikalije (Washington, 17. 08. 2002)
- Študija treh ameriških organizacij, ki se borijo za zaščito zdravja in okolja je pokazala, da številni kozmetični proizvodi vsebujejo zdravju in plodnosti nevarno kemično snov.
- Ftalate so našli v Diorjevem parfumu Poison, gelih za lase znamk Revlon, Calvin Klein in Procter&Gamble, ugotavlja študija. Center za nadzor bolezni (CDC) pozna ftalate več kot 20 let. Našli so jih tudi v embalažah hrane, v zavesah pri tuših in notranjosti avtomobilov.

---

---

---

---

---

---

---

---

### ANALIZNA KEMIJA

- Analizno kemijo lahko razdelimo na dve področji:
- **KVALITATIVNA ANALIZA**
- Odgovor na vprašanje: »Katere komponente (analiti) so v vzorcu?«
- **KVANTITATIVNA ANALIZA**
- Odgovor na vprašanje: »Koliko posamezne komponente (analita) je v vzorcu?«

*Analizna kemija vključuje tudi obravnavo kemijskih ravnotežij in uporabo statističnih metod pri obravnavi rezultatov.*

---

---

---

---

---

---

---

---

### ANALIZNA KEMIJA

- Analizno kemijo lahko razdelimo na dve področji:
- **KVALITATIVNA ANALIZA**
- Odgovor na vprašanje: »Katere komponente (analiti) so v vzorcu?«
- **KVANTITATIVNA ANALIZA**
- Odgovor na vprašanje: »Koliko posamezne komponente je v vzorcu?«

---

---

---

---

---

---

---

---

### KVANTITATIVNA ANALIZA

- Popolna analiza (določitev vseh komponent)
- Delna analiza (določitev komponente, ki nas zanima)
  
- Npr.
- Določitev vitamina C v farmacevtskem preparatu
- Določitev elektrolitov v krvi
- Določitev svinca v pitni vodi

---

---

---

---

---

---

---

---

### SI osnovne enote

KOLIČINA	IME	KRATICA
Masa	kilogram	kg
Dolžina	meter	m
Čas	sekunda	s
Temperatura	kelvin	K
Množina snovi	mol	mol
Električni tok	amper	A
Svetlobna jakost	kandela	cd

---

---

---

---

---

---

---

---

### PREDPONE ZA MERSKE ENOTE

PREDPONA	FAKTOR	SIMBOL
tera	$10^{12}$	t
giga	$10^9$	g
mega	$10^6$	m
kilo	$10^3$	k
hekto	$10^2$	h
deka	10	da
deci	$10^{-1}$	d
centi	$10^{-2}$	c
mili	$10^{-3}$	m
mikro	$10^{-6}$	m
nano	$10^{-9}$	n
piko	$10^{-12}$	p
• femto	$10^{-15}$	f

---

---

---

---

---

---

---

---



### Podajanje koncentracij:

molarnost	št. molov toplj./l l razt.
molalnost	št. molov toplj./1 kg topila
masni odstotek	$(\frac{m_{analita}}{m_{vzorca}}) * 100$
volumski odstotek	$(\frac{V_{toplj.}}{V_{razt.}}) * 100$
utežno-volumski odstotek	$(\frac{m_{toplj.}}{V_{razt.}}) * 100$
parts per million (ppm)	$\mu\text{g/g}$
parts per billion (ppb)	$\text{ng/g}$

---

---

---

---

---

---

---

---

### ANALIZNA KEMIJA

- Nekater metode analize kemije so primerna orodja za kvalitativno analizo, druge za kvantitativno analizo
- Primer:
- GC/MS (kvalitativna in kvantitativna informacija)
- Tehnika vključuje separacijsko tehniko (plinska kromatografija) in spektroskopsko tehniko za identifikacijo in kvantifikacijo.

---

---

---

---

---

---

---

---

### DELITEV ANALIZNIH METOD GLEDE

#### -KONCENTRACIJO

GLAVNE SESTAVINE	100% - 1%
PRIMESI	1% - 0,1%
SLEDOVI	pod 0,01%
MIKROSLEDOVI	$10^{-4}$ - $10^{-7}$ %
NANOSLEDOVI	$10^{-7}$ - $10^{-10}$ %
PIKOSLEDOVI	$10^{-10}$ - $10^{-13}$ %

---

---

---

---

---

---

---

---

DELITEV ANALIZNIH METOD GLEDE  
NA:  
MASO VZORCA

- |                      |                         |
|----------------------|-------------------------|
| • MAKRO ANALIZA      | 1,0 - 0,1 g             |
| • MESO ANALIZA       | 0,1 - 0,01 g            |
| • MIKRO ANALIZA      | 0,01 - 0,001 g          |
| • SUBMIKRO ANALIZA   | $10^{-3}$ - $10^{-4}$ g |
| • ULTRAMIKRO ANALIZA | $< 10^{-4}$ g           |

---

---

---

---

---

---

---

---

**ANALIZNA KEMIJA**

- TEHNIKA - samostojen merski princip
- METODA - skupina analiznih postopkov, ki temeljijo na danem merskem principu
- POSTOPEK - definirana procedura za analizo
- ANALIZNO NAVODILO - podrobni opisi za izvajanje vseh faz analiznega postopka

---

---

---

---

---

---

---

---

**ANALIZNA KEMIJA**

**ANALIZNE METODE:**

- kemične (gravimetrija, titrimetrija)
- instrumentalne (spektroskopske, elektroanalitske,)

---

---

---

---

---

---

---

---

### ANALIZNE METODE

- **Gravimetrične metode** (temeljijo na merjenju mase)
- **Titrimetrične metode** (temeljijo na merjenju volumna)
- **Elektrokemijske metode** (temeljijo na merjenju električnih količin -potencial, tok, upor, naboj....)

---

---

---

---

---

---

---

---

### ANALIZNE METODE

- **Spektroskopske metode** (interakcija med analitom in elektromagnetnim valovanjem)
- **Kromatografske metode** (ločevanje komponent na osnovi njihovih interakcij med fazami)
- **Kemometrija** (Uporaba matematičnih in statističnih metod pri vrednotenju podatkov)

---

---

---

---

---

---

---

---

### IZBIRA ANALIZNE METODE

#### FAKTORJI, KI VPLIVAJO NA ODLOČITEV:

- **Natančnost, pravilnost**
- **Cena**
- **Število vzorcev**
- **Število komponent**

---

---

---

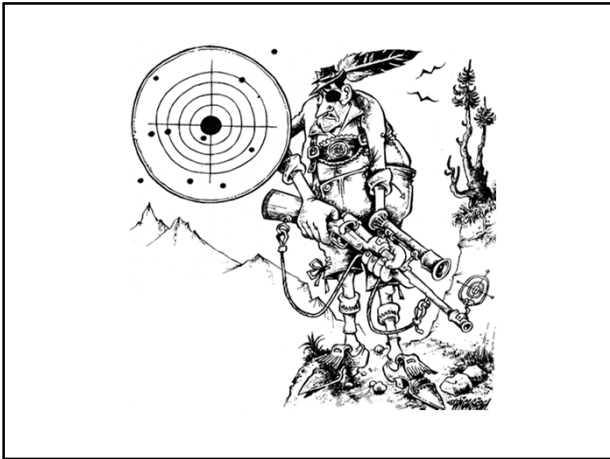
---

---

---

---

---



---

---

---

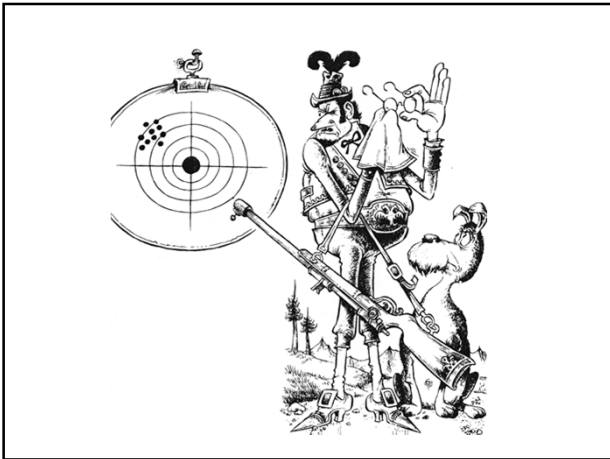
---

---

---

---

---



---

---

---

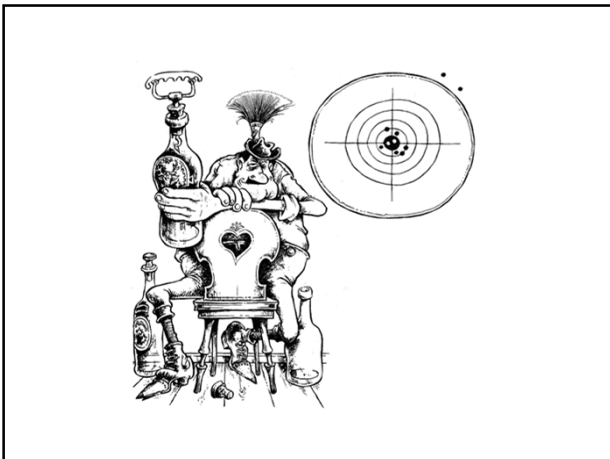
---

---

---

---

---



---

---

---

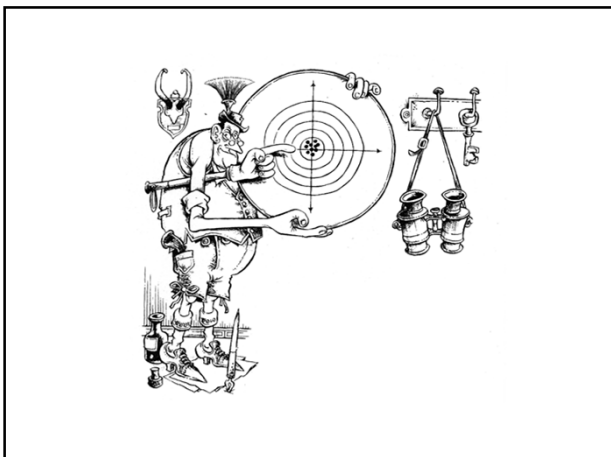
---

---

---

---

---



---

---

---

---

---

---

---

---

### FAZE KEMIJSKE ANALIZE

- izbira analizne metode
- jemanje vzorca
- priprava vzorca
- analizni postopek v ožjem smislu
  - a) direkten
  - b) po določeni operaciji (separiranje, koncentriranje)
- meritev
- izračun, podajanje rezultatov
- ocena postopka (pravilnost, natančnost....)

---

---

---

---

---

---

---

---

### VZOREC

REPREZENTATIVNOST  
HOMOGENOST

TRDNI VZORCI (homogenost)

TEKOČINE

---

---

---

---

---

---

---

---

### **VZOREC**

- priprava
- sušenje
- raztapljanje
- odstranitev potencialnih motečih komponent
- pretvorba analita v obliko, ki ustreza izbrani analizni metodi

---

---

---

---

---

---

---

---

### **POVZETEK**

- Analizna metoda vključuje vrsto korakov, ki jih moramo upoštevati preden pričnemo z delom
- Analizni postopek zavisi od izbrane tehnike, vrste vzorcev in zahtev analize
  
- Posamezne analizne metode moramo obravnavati s teh vidikov.

---

---

---

---

---

---

---

---