

Instrumentalne metode analize

izr.prof.dr. Matevž Pompe

Teme

- Osnovna kemijska ravnotežja v analizni kemiji ;
- Osnove statističnih metod (naključne in sistematske napake, statistični parametri, obdelava ter vrednotenje podatkov);
- Klasifikacija inštrumentalnih analiznih metod, njihove značilnosti in omejitve ter osnovni principi;
- Osnove elektrokemijskih metod, potenciometrija, voltametrične metode, elektrokemijski senzorji in detektorji.
- Spektroskopske analizne metode: UV-VIS spektrofotometrija, atomska spektrometrija, masna spektrometrija, IR spektroskopija, laserske analizne metode, senzorji na osnovi spektroskopskih tehnik.
- Separacijske metode v kemijski analizi; pregled in osnove separacijskih postopkov, ekstrakcijske metode, kromatografske in elektroforetske metode, miniaturizacija separacijskih metod.
- Sklopljene tehnike (GC-MS, HPLC-MS)

Literatura

- D.A.Skoog, F.J.Holler, T.A.Nieman, Principles of Instrumental analysis, 5th Saunders

MERITVE V KEMIJI:

- KARAKTERIZACIJA SNOVI
- DOLOČEVANJE ANALITOV V RAZLIČNIH VZORCIH
- Področje kemije, ki obravnava meritve v kemiji- ANALIZNA KEMIJA

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

Opredeľjevanje 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
- klinična kemija
- **OKOLJE**
 - naravno okolje- onesnaženost okolja
 - delovno okolje- varstvo pri delu
- biotehnologija
- geologija
-

Problemi v analizni kemiji

- Vode (kovine, pesticidi, organske snovi- npr. ftalati)
- Zrak (SO_2 , N- oksidi, organske spojine,...)
- Zemlja (kovine, pesticidi, ...)
- Hrana (konzervansi, dodatki, amini....)

Snovi, ki jih moramo določati v naprej niso znane (neciljana analiza)!

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

ANALIZNA KEMIJA

Nekater metode analize kemije so primerna orodja za kvalitativno analizo, druge za kvantitativno analizo. Redke ustrezajo obema zahtevama!

Primer:

GC/MS (kvalitativna in kvantitativna informacija)

Tehnika vključuje separacijsko tehniko (plinska kromatografija) in spektroskopsko tehniko za identifikacijo in kvantifikacijo.

DELITEV ANALIZNIH METOD GLEDE

NA:
-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
- **MEZO 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

- Primera:
- Makro analiza sledov (določevanje kovin v zemlji; določevanje Pb v zemlji)
- Mikro analiza sledov (določevanje kovin v bioloških vzorcih; npr določevanje Pb v jetrih)

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}	μ
nano	10^{-9}	n
piko	10^{-12}	p
• femto	10^{-15}	f

Podajanje koncentracij:

molarnost

št. molov toplj./1 l razt.

molalnost

št. molov toplj./1 kg topila

masni odstotek

$$\left(\frac{m_{\text{analita}}}{m_{\text{vzorca}}} \right) * 100$$

volumski odstotek

$$\left(\frac{V_{\text{toplj.}}}{V_{\text{razt.}}} \right) * 100$$

utežno-volumski odstotek

$$\left(\frac{m_{\text{toplj.}}}{V_{\text{razt.}}} \right) * 100$$

parts per million (ppm)

μg/g

parts per billion (ppb)

ng/g

Podajanje koncentracij glede na vrsto vzorca

- Podajanje zavisi od vrste vzorcev.
- npr. plinasti vzorci: Koncentracije lahko izražamo v SI enotah (g/m^3 ali ml/m^3) ali v ppm oziroma ppb.
- ppm (parts per million)
- ppb (parts per billion)

ppm, ppb (plinasti vzorci)

analit- plin

- Število molov analita v milijon (miljardi) molih (molov) plinastega vzorca (npr. zraka) ali v ustreznih volumskih razmerjih (ml/m^3 , $\mu\text{l}/\text{m}^3$).
- **ŠTEVILO MOLOV JE PRI PLINIH PROPORCIONALNO VOLUMNU!**

Preračunavanje koncentracij

$$c(\text{mg} / \text{m}^3) = c(\text{ppm}) \times \frac{M}{24,04}$$

$$c(\text{ppm}) = c(\text{mg} / \text{m}^3) \times \frac{24,04}{M}$$

c = koncentracija

M = molekulska masa snovi

Molski volumen znaša 24,04 l pri temperaturi 20°C in tlaku $1,013 \cdot 10^5$ Pa.

Izražanje koncentracij trdnih snovi v plinih (prašni delci)

Koncentracije izražamo v miligramih (mikrogramih) trdne substance v m³ plinastega vzorca

Izražanje koncentracij- trdni vzorci, raztopine

- Trdni vzorci:
- ppm: $\mu\text{g/g}$
- ppb: $\mu\text{g/kg}$

- Vodne raztopine:
- ppm: $\mu\text{g/g}$
- ppb: $\mu\text{g/g}$

Preračunavanje koncentracij

- Primeri:
- Nekaj splošnih primerov preračunavanja enot (iz molarosti v masne deleže, oziroma ppm ali ppb)

1 mg/ml Na, Cu, Pb preračunajte v molarne koncentracije!

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)-
absolutne metode**
- **instrumentalne (spektroskopske,
elektroanalitske,...)- relativne metode**

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)
- **Elektrokemične** (opazovanje elektrokemičnih lastnosti snovi)
- **Kemometrija** (Uporaba matematičnih in statističnih metod pri vrednotenju podatkov)

FAZE KEMIJSKE ANALIZE

- **definiranje analiznega problema**
- **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....)**

IZBIRA ANALIZNE METODE

FAKTORJI, KI VPLIVAJO NA ODLOČITEV:

- **vrsta analita**
- **vrsta vzorca**
- **koncentracijsko področje**
- **zahtevana natančnost in pravilnost**
- **število vzorcev**
- **število komponent**
- **cena**

VZOREC

REPREZENTATIVNOST

HOMOGENOST

TEKOČINE

PLINI

TRDNI VZORCI (homogenost)

TRDNI VZORCI

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

SKLEP

- 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.