Atomska apsorpcijska spektrometrija, instrumentacija i razvoj metode

Jukić, Tihana

Undergraduate thesis / Završni rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Split, Faculty of Chemistry and Technology / Sveučilište u Splitu, Kemijsko-tehnološki fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:167:274351

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-04-17**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Faculty of chemistry and technology - University of Split

SVEUČILIŠTE U SPLITU

KEMIJSKO-TEHNOLOŠKI FAKULTET

ATOMSKA APSORPCIJSKA SPEKTROMETRIJA, INSTRUMENTACIJA I RAZVOJ METODE

ZAVRŠNI RAD

TIHANA JUKIĆ

Matični broj: 374

SPLIT, listopad 2019.

SVEUČILIŠTE U SPLITU

KEMIJSKO-TEHNOLOŠKI FAKULTET

SVEUČILIŠNI PREDDIPLOSMKI STUDIJ KEMIJE

ATOMSKA APSORPCIJSKA SPEKTROMETRIJA, INSTRUMENTACIJA I RAZVOJ METODE

ZAVRŠNI RAD

TIHANA JUKIĆ

Matični broj: 374

SPLIT, listopad 2019.

UNIVERSITY OF SPLIT

FACULTY OF CHEMISTRY AND TEHNOLOGY

UNDERGRADUATE STUDY OF CHEMISTRY

ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY, INSTRUMENTATION AND METHOD DEVELOPMENT

BACHELOR THESIS

TIHANA JUKIĆ

Parent number: 374

SPLIT, October 2019.

TEMELJNA DOKUMENTACIJSKA KARTICA

ZAVRŠNI RAD

Sveučilište u Splitu
Kemijsko tehnološki fakultet
Studij: preddiplomski studij kemije

Znanstveno područje: prirodne znanosti
Znanstveno polje: kemija
Tema rada je prihvaćena na 19. sjednici Fakultetskog vijeća Kemijsko-tehnološkog fakulteta održanoj.
Mentor: doc. dr. sc. Lea Kukoč Modun
Pomoć pri izradi: dr. sc. Maja Biočić

ATOMSKA APSORPCIJSKA SPEKTROMETRIJA, ISNTRUMENTACIJA I RAZVOJ METODE

Tihana Jukić, 374

Sažetak: Cilj ovog rada je detaljan prikaz atomskog apsorpcijskog spektrometra sa elektrotoplinskom atomizacijom. Opisani su temeljni postupci rukovanja instrumentacijom te održavanja instrumenta. Atomski apsorpcijski spektrofotometar je analitički instrument koji može analizirati veliki broj analita, posebice metala. Izrazito je selektivan. Osjetljivost atomskih metoda nalazi se u području „dijelova na milijun“ (ppm) kao i „dijelova na bilijun“ (ppb). Niska osjetljivost, brzina i visoka selektivnost su prednosti atomskih metoda. U radu su prikazane metode određivanja Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni i Pb.

Ključne riječi: atomska apsorpcijska spektrometrija, instrumentacija, metoda

Rad sadrži: 61 stranica, 40 slika, 15 tablica, 0 priloga, 13 literaturnih referenci

Jezik izvornika: hrvatski

Sastav povjerenstva za obranu

1. doc. dr. sc. Franko Burčul - predsjednik
2. doc. dr. sc. Mario Nikola Mužek - član
3. doc. dr. sc. Lea Kukoč Modun - član-mentor

Datum obrane: 25. listopada 2019.

Rad je u tiskanom i elektroničnom (pdf formatu) obliku pohranjen u Knjižnici Kemijsko tehnološkog fakulteta Split, Ruđera Boškovića 35.

BASIC DOCUMENTATION CARD

BACHELOR THESIS

University of Split

Faculty od Chemistry and Technology Split

Study: Undergraduate study of Chemistry

Scientific area: Nature Science

Scientific feild: Chemistry

Thesis subject was approved by Faculty Council of Faculty of Chemistry and Technology session 19.

Mentor: Lea Kukoč Modun, PhD, assistant professor

Tehnical assistance: Maja Biočić, PhD

ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY, INSTRUMENTATION AND METHOD DEVELOPMENT

Tihana Jukić
374

Abstract: The aim of this work is to present a detailed overview of the atomic absorption spectrometer with electrothermic atomization. Basic operating and maintenance procedures for instrumentation are described. Atomic absorption spectrophotometer is analytical instrument that can analyze a large number of analytes, especially metals. It is extremely selective. The sensitivity of atomic methods is in the range of "parts per million" (ppm) as well as "parts per billion" (ppb). Low sensitivity, speed and high selectivity are the advantages of atomic method. The work presents a methods for the determination of Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni and Pb.

Keywords: atomic absorption spectrometry, instrumentation, method
Thesis contains: 61 pages, 40 figures, 15 tabels, 0 supplements, 13 refrences
Original in: Croatina
Defence committee:

1. Franko Burčul - PhD, assistant prof. – chair person
2. Mario Nikola Mužek - PhD, assistant prof. - member
3. Lea Kukoč Modun - PhD, assistant prof. - supervisor

Defence date: October, 25th 2019.

Printed and electronic (pdf format) version of thesis is desposed in Library of Faculty of Chemistry and Technology Split, Ruđera Boškovića 35.

Završni rad je izrađen u Zavodu za analitičku kemiju pod mentorstvom doc. dr. sc. Lee Kukoč Modun, uz voditeljstvo dr. sc. Maje Biočić u razdoblju od siječnja 2019. do ožujka 2019. godine.

Rad je u potpunosti financiran od strane Hrvatske zaklade za znanost projektom. ″Biljke kao izvor bioaktivnih sumporovih spojeva te njihova sposobnost hiperakumulacije metala″IP-2016-06-1316.

Zahvaljujem svima koji su mi pomogli u realizaciji ovog rada. Posebno hvala mentorici doc. dr. sc. Lei Kukoč Modun i dr. sc. Maji Biočić na stručnoj pomoći i savjetima tokom izrade završnog rada.

Veliko hvala mojoj obitelji na bezuvjetnoj potpori i ohrabrenju.

ZADATAK ZAVRŠNOG RADA

Zadatak završnog rada je upoznavanje s atomskom apsorpcijskom spektrometrijom, instrumentacijom, načinom rukovanja te održavanja, kao i razvoj metode određivanja:

- Aluminija;
- Kadmija;
- Kroma;
- Bakra;
- Željeza;
- Nikla;
- Olova.

SAŽETAK:

Cilj ovog rada je detaljan prikaz atomskog apsorpcijskog spektrometra sa elektrotoplinskom atomizacijom. Opisani su temeljni postupci rukovanja instrumentacijom te održavanja instrumenta. Atomski apsorpcijski spektrofotometar je analitički instrument koji može analizirati veliki broj analita, posebice metala. Izrazito je selektivan. Osjetljivost atomskih metoda nalazi se u području „dijelova na milijun“ (ppm) kao i „dijelova na bilijun“ (ppb). Niska osjetljivost, brzina i visoka selektivnost su prednosti atomskih metoda. U radu su prikazane metode određivanja Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni i Pb.

Ključne riječi: atomska apsorpcijska spektrometrija, instrumentacija, metoda

ABSTRACT:

The aim of this work is to present a detailed overview of the atomic absorption spectrometer with electrothermic atomization. Basic operating and maintenance procedures for instrumentation are described. Atomic absorption spectrophotometer is analytical instrument that can analyze a large number of analytes, especially metals. It is extremely selective. The sensitivity of atomic methods is in the range of "parts per million" (ppm) as well as "parts per billion" (ppb). Low sensitivity, speed and high selectivity are the advantages of atomic method. The work presents a methods for the determination of Al, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni and Pb.

Keywords: atomic absorption spectrometry, instrumentation, method

Sadržaj

UVOD 1

1 OPĆI DIO 2

1.1 Elektromagnetski spektar 2

1.2 Apsorpcija zračenja 3

1.3 Lambert-Beerov zakon 3

1.4 Atomska spektroskopija 5

1.5 Izvedbene značajke atomske apsorpcijske spektroskopije 7

1.6 Atomski apsorpcijski spektrometar 9

1.7 Osnovni dijelovi apsorpcijskog spektrometra 10

1.7.1 Izvor zračenja 10

1.7.2 Grafitna peć 11

1.7.3 Monokromator 13

1.7.4 Detektor 13

1.7.5 Signal 14

1.8 Priprema sustava za analizu 15

1.8.1 Uključivanje sustava 15

1.8.2 Instalacija i uklanjanje žarulja 16

1.8.3 Postavljanje podloška s uzorcima 17

1.8.4 Isključivanje sustava 18

1.9 Održavanje uređaja 18

1.9.1 Popis postupaka održavanja uređaja 19

1.9.2 Postupci održavanja spektrometra 20

2 EKSPERIMENTALNI DIO 23

2.1 Osnovna procedura prije svake analize 23

2.2 Priprema standardnih i radnih otopina 25
2.2.1 0,2 % HNO_3 za pripravu otopina standarda i uzoraka 26
2.2.2 10 % HNO_3 za čišćenje 27
2.2.3 Standardne otopine aluminija 28
2.2.4 Standardne otopine kadmija 29
2.2.5 Standardne otopine kroma 30
2.2.6 Standardne otopine bakra 31
2.2.7 Standardne otopine željeza 32
2.2.8 Standardne otopine nikla 33
2.2.9 Standardne otopine olova 34
2.3 Namještanje pećnice i samouzorkivača 35
2.4 Određivanje metala 36
3 REZULTATI I RASPRAVA 37
3.1 Analiza metala i krivulje umjeravanja 37
3.1.1 Al – aluminij 37
3.1.2 Cd – kadmij 40
3.1.3 Cr – krom 43
3.1.4 Cu – bakar 46
3.1.5 Fe – željezo 49
3.1.6 Ni – nikal 52
3.1.7 Pb – olovo 55
4 ZAKLJUČAK 58
5 Literatura 59
6 Popis slika 59
7 Popis tablica 60

UVOD

Spektroskopija se kao izraz s povijesnog gledišta odnosi na granu znanosti koja se bavila vidljivom svjetlošću (vidljivim zračenjem) razlučenom na komponente, valne duljine koje tvore spektar.[1] Spektroskopija je grana znanosti koja se bavi promatranjem i kvantitativnom analizom apsorpcijskih ili emisijskih spektara karakterističnih valnih duljina elektromagnetskog zračenja uzorka obasjanog ili pobuđenog fotonima različitih energija elektromagnetskog zračenja.[2] Djelovanjem elektromagnetskog zračenja na uzorak može doći do apsorpcije ili emisije energije zračenja, stoga postoje apsorpcijska i emisijska spektroskopija. Apsorpcijska spektroskopija predstavlja spektroskopiju u kojoj se intenzitet elektromagnetskog zračenja za određene valne duljine smanjuje prolaskom kroz uzorak,[3] dok emisijska spektroskopija predstavlja spektroskopiju u kojoj se određuje kemijski sastav uzorka mjerenjem valnih duljina elektromagnetskog zračenja, što ga isijava pobuđeni uzorak.[4]

1 OPĆI DIO

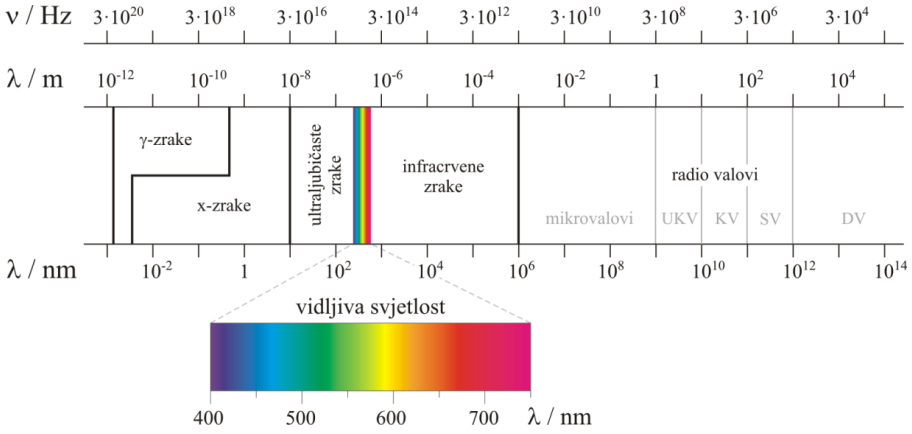
1.1 Elektromagnetski spektar

Elektromagnetsko zračenje je vrsta energije koja velikom brzinom prolazi kroz prostor. Svojstva elektromagnetskog zračenja se mogu opisati pomoću klasičnog valnog modela, čiji su osnovi parametri: valna duljina, frekvencija, brzina i amplituda. Ovaj model ne može objasniti pojave povezane s apsorpcijom i emisijom energije zračenja te se objašnjenje tih pojava može pronaći u promatranju elektromagnetskog zračenja kao struje pojedinačnih čestica, bez mase, koje se kreću brzinom svjetlosti i sadrže određenu količinu energije. Te se čestice nazivaju fotonima. Energija fotona ovisi o frekvenciji zračenja, a prikazana je jednadžbom:[1]

$$E = h \text{ x } \nu \tag{1}$$

u kojoj je h Planckova konstanta koja iznosi $6{,}63 \text{ x } 10^{-34}$ Js.

Elektromagnetski spektar obuhvaća veliko područje valnih duljina i energije, što je vidljivo iz slike 1. Različita zračenja razlikuju se po frekvenciji, a time i energijom. Elektromagnetski valovi svrstani su u elektromagnetski spektar koji se proteže od valova najmanje frekvencije i najveće valne duljine (radio-frekvencijsko zračenje) do valova najveće frekvencije i najmanje valne duljine (visoke gama zrake). Područje zračenja koje opaža ljudsko oko naziva se vidljivi dio spektra, on je samo mali dio cijelog spektra. Vidljivo zračenje se proteže od 380 nm do 780 nm.



Slika 1. Podjela spektra elektromagnetskog zračenja[5]

1.2 Apsorpcija zračenja

Apsorpcija je proces u kojem neka kemijska vrsta prisutna u propusnoj sredini selektivno smanjuje intenzitet neke frekvencije elektromagnetskog zračenja.[1] Prema kvantnoj teoriji svaka čestica ima svoje najniže energijsko stanje koje se naziva osnovnim stanjem. Do apsorpcije fotona može doći samo kada je energija fotona jednaka energijskoj razlici između osnovnog stanja i nekog od viših energijskih stanja čestice. Ovo dovodi do prijelaza energije fotona na atom, ion ili molekulu dovodeći ih u pobuđeno (više energijsko) stanje. Pobuđivanje vrste može se prikazati reakcijom:

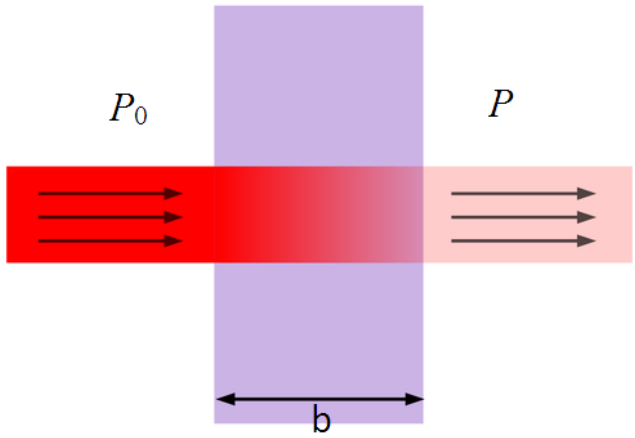
$$\mathrm{M} + hv \rightarrow \mathrm{M}^* \tag{2}$$

Nakon vrlo kratkog vremena ($10^{-6} - 10^{-9}$ sekunde) pobuđena se vrsta relaksira, tj. iz pobuđenog stanja vraća se u osnovno stanje, prilikom čega višak energije otpušta u okolinu u obliku topline, što se može prikazati reakcijom:

$$\mathrm{M}^* \rightarrow \mathrm{M} + \text{toplina} \tag{3}$$

Prisutnost pobuđenog stanja je toliko kratka da je koncentracija pobuđenih čestica u bilo kojem trenutku zanemariva što daje prednost apsorpcijskim mjerenjima zbog činjenice da se njima najmanje ometa energija proučavanog stanja.

1.3 Lambert-Beerov zakon



Slika 2. Prigušivanje snopa zračenja kao rezultat apsorpcije u otopini[6]

Slika 2. prikazuje snop zračenja prije i nakon prolaska kroz sloj otopine debljine b i koncentracije c određene vrste koja apsorbira dio zračenja. Posljedica međudjelovanja fotona i čestica tvari koja apsorbira zračenje je smanjenje snage snopa zračenja s početne vrijednosti P_0 na snagu vrijednosti P. Ovo predstavlja transmitanciju koja se definira kao udio upadnog zračenja koji je prošao kroz otopinu, a dana je izrazom:[1]

$$T = \frac{P}{P_0} \tag{4}$$

Udio apsorbiranog elektromagnetskog zračenja u otopini definira se kao apsorbancija, a može se iskazati izrazom:

$$A = -\log_{10} T = \log \frac{P_0}{P} \tag{5}$$

Funkcijski odnos između veličine mjerene apsorpcijskom metodom (apsorbancijom) i one koja se određuje (koncentracije) poznat je kao Lambert-Beerov zakon, koji je dan izrazom:

$$A = \log \frac{P_0}{P} = abc \tag{6}$$

gdje je a konstanta proporcionalnosti, apsorptivnost (apsorpcijski koeficijent), a b je duljina puta zračenja kroz uzorak (tj. debljina posude u kojoj se uzorak nalazi).

Kada se koncentracija u Lambert-Beerovom zakonu izražava u molovima po litri, a duljina puta zračenja u centimetrima, konstanta proporcionalnosti naziva se molarnom apsorptivnošću, te dobiva oznaku ε, a sam Lambert-Beerov zakon se tada iskazuje u obliku:

$$A = \varepsilon bc \tag{7}$$

Lambert-Beerov zakon se može primijeniti i na otopine koje sadrže više tvari, pod uvjetom da ne postoji međudjelovanje vrsta u smjesi. Tada je izraz za Lambert-Beerov zakon:

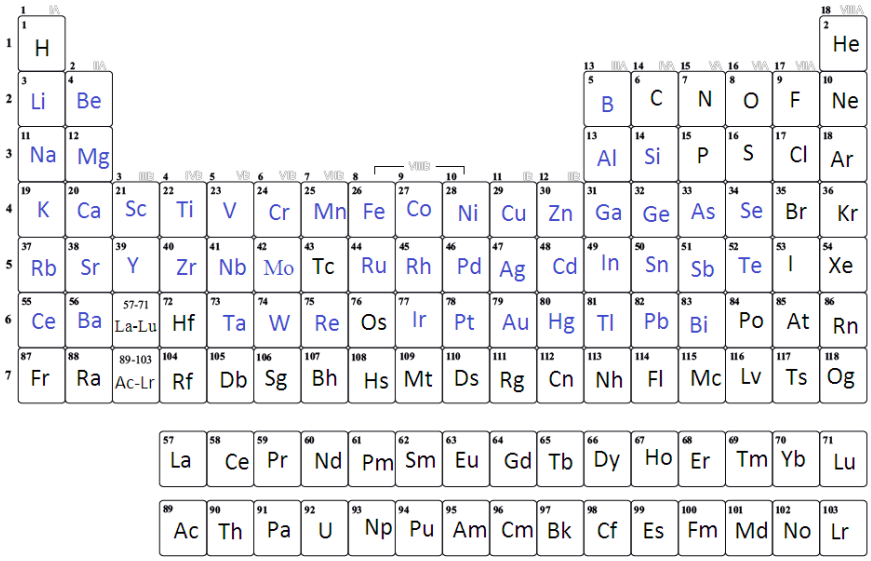
$$A = A_1 + A_2 + \cdots + A_n = \varepsilon_1 bc_1 + \varepsilon_2 bc_2 + \cdots + \varepsilon_n bc_n \tag{8}$$

Lambert-Beerov zakon se može smatrati graničnim zakonom jer on uspješno opisuje apsorpcijsko ponašanje samo razrijeđenih otopina. Pri povišenim koncentracijama smanjuje se prosječna udaljenost među česticama one tvari koja apsorbira do te mjere da svaka čestica utječe na raspodjelu naboja susjedne čestice, što može uzrokovati promjenu apsorbancije pri

određenoj valnoj duljini. Odstupanje linearnog odnosa apsorbancije o koncentraciji uzrokovano je međudjelovanjem čestica što ovisi o koncentraciji otopine. Kod razrijeđenih otopina može doći do odstupanja od Lambert-Beerovog zakona ako su pored tvari koja apsorbira prisutne i visoke koncentracije nekih drugih vrsta, posebno elektrolita. Strani ioni mijenjaju molarnu apsorptivnost željene tvari tako što uzrokuju elektrostatsko međudjelovanje, što je rezultat odstupanja od zakona. Učinak molekulskog međudjelovanja najčešće nije znatan kod koncentracija nižih od 0,01 mol/L, ipak postoje izuzetci koji se najčešće pojavljuju kod velikih organskih molekula i iona. Odstupanja se pojavljuju i zbog ovisnosti apsorptivnosti o indeksu loma otopine. U otopinama kod kojih dolazi do znatne promjene koncentracije, dolazi i do promjene indeksa loma otopine što dovodi do odstupanja od Lambert-Beerovog zakona. Sve do sada navedeno predstavlja istinska ograničenja zakona, ali uz njih postoje i kemijska odstupanja. Kemijska odstupanja su posljedica asocijacije, disocijacije ili reagiranja vrste koja apsorbira s otapalom, pri čemu nastaju produkti koji imaju apsorpcijske značajke koje se razlikuju od značajki analita. Ova odstupanja se mogu predvidjeti iz podataka o konstantama ravnoteže reakcije i molarnih apsorpitvnosti ispitane vrste.[1]

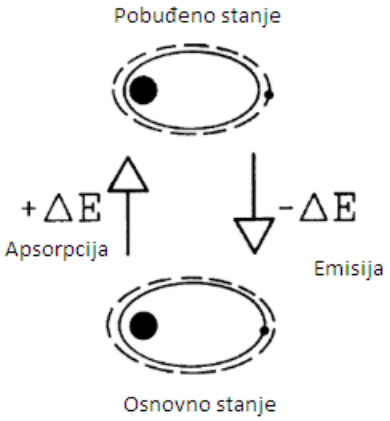
1.4 Atomska spektroskopija

Atomska spektroskopija se koristi za kvantitativno i kvalitativno određivanje približno 70 elemenata (slika 3). Osjetljivost atomskih metoda nalazi se u području “dijelova na milijun” (ppm) kao i “dijelova na bilijun” (ppb). Ovako niska osjetljivost je prednost atomskih metoda, a uz nju prednosti su brzina i visoka selektivnost.[1] Ona se bavi identitetom i koncentracijom atoma u uzorku, bez obzira na način njihove povezanosti.[7]



Slika 3. Elementi koji se mogu određivati (označeni plavo)

Atomska spektroskopija se temelji na apsorpciji, fluorescenciji i emisiji. Spektroskopska analiza je ograničena samo na ultraljubičasto i vidljivo zračenje zato jer su te frekvencije energetski prikladne za pobuđivanje elektronskih prijelaza.[7] Elektron u atomu se nalazi u osnovnom stanju te može apsorbirati energiju, čime on prelazi u pobuđeno stanje. Slika 4. pokazuje povezanost između apsorpcije i emisije. Kada je atom u osnovnom stanju izložen izvoru zračenja energije, on prima tu energiju i prelazi u pobuđeno stanje što predstavlja apsorpciju. Kada atom u pobuđenom stanju otpusti energiju on se vraća u osnovno stanje, odnosno on emitira (oslobađa) energiju.



Slika 4. Veza između emisije i apsorpcije

Prvi korak svih atomskih spektroskopskih postupaka je atomizacija. Atomizacija je proces u kojem se uzorak isparava i razgrađuje uz nastanak atomske pare.[7] Učinkovitost i ponovljivost atomizacije određuje osjetljivost, preciznost i točnost metode, što atomizaciju čini najkritičnijim korakom u atomskoj spektroskopiji. Atomske spektroskopske metode mogu biti kategorizirane prema načinu atomizacije koja se može postići:

1. plamenu;
2. elektrotoplinsku;
3. induktivno spregnutom plazmom.[7]

Ovisno o načinu atomizacije kod atomske apsorpcijske spektrometrije razlikuju se četiri AAS tehnike:

1. plamena;
2. elektrotoplinska;
3. hladne pare;
4. hidridna.[7]

1.5 Izvedbene značajke atomske apsorpcijske spektroskopije

Osjetljivost se izražava kao nagib pravca na krivulji umjeravanja koji označava promjenu apsorbancije s koncentracijom analita. Postupak je osjetljiv ako dovodi do velike promjene analitičkog signala (apsorbancije) s malom promjenom koncentracije analita.

Karakteristična koncentracija je ona koncentracija elementa koja daje promjenu od 0,0044 apsorbancijske jedinice odnosno 1 % apsorbancije.[7]

Granica dokazivanja je najniža koncentracija analita čije se prisustvo može dokazati primijenjenom tehnikom ili metodom.[7]

Granica određivanja je najniža koncentracija analita koja se može odrediti primijenjenom tehnikom ili metodom.[7]

Kod atomske apsorpcijske spektroskopije može se naići na dva tipa interferencija: spektralne i kemijske interferencije. Spektralne interferencije se javljaju:

1. kada neka tvar prilikom atomizacije raspršuje upadno zračenje izvora;

2. kada apsorpcija ili emisija tvari koja interferira prekriva liniju analita;
3. kada je apsorpcija ili emisija tvari koja interferira tako blizu da razlučivanje monokromatorom postaje nemoguće.[7]

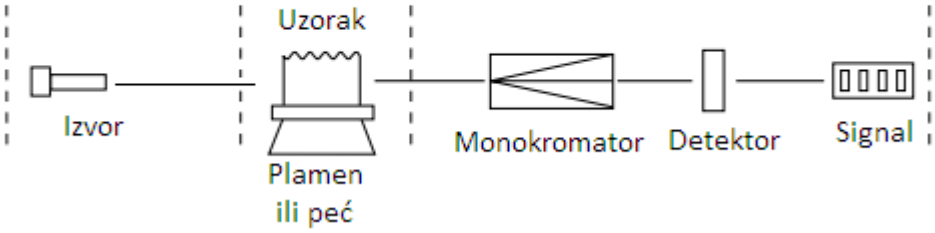
Kemijske interferencije su rezultat različitih kemijskih procesa koji se događaju za vrijeme atomizacije, a koji dovode do promjene apsorpcijskih značajki uzorka. Najčešći oblik kemijske interferencije je onaj koji nastaje jer anioni s analitom tvore spojeve slabe hlapljivosti što rezultira smanjenjem brzine atomizacije. Ovaj problem se može riješiti dodatkom zaštitnih reagensa (npr. EDTA) koji će stvoriti kompleks s analitom i spriječiti interferenciju s anionima. Drugi oblik kemijske interferencije je ionizacijska interferencija. Ona je posljedica različite apsorbancije metala i iona tog metala što pridonosi smanjenu rezultata. Pogreške koje nastaju zbog ionizacijske interferencije mogu se ukloniti dodatkom potiskivača ionizacije. Potiskivači ionizacije lako ioniziraju i potiskuju ionizaciju analita jer stvaraju veliku koncentraciju elektrona u plamenu.[7]

Može doći i do pozadinske apsorpcije koja proizlazi iz činjenice da se nisu sve tvari u uzorku nužno 100 % atomizirale. Ove nedisocirane tvari mogu apsorbirati zračenje pri mjernim valnim duljinama ili mogu izazvati raspršenje zračenja. Kako bi uklonili ove pozadinske apsorpcije potrebno je izmjeriti pozadinsku apsorpciju i izdvojiti je iz ukupne izmjerene apsorpcije. Da bi se to moglo napraviti postoje metode za korekciju pozadinske apsorpcije, a to su:

- Metoda dviju linija;
- Metoda kontinuiranog izvora (D_2 korekcija);
- Smith-Hieftje pozadinska korekcija;
- Zeemanova pozadinska korekcija.[8]

1.6 Atomski apsorpcijski spektrometar

Slika 5. prikazuje shemu osnovnih dijelova atomskog apsorpcijskog spektrometra koji se sastoji od izvora zračenja, uzorka koji je smješten u prostoru za atomizaciju, monokromatora, detektora te računala za očitanje signala.



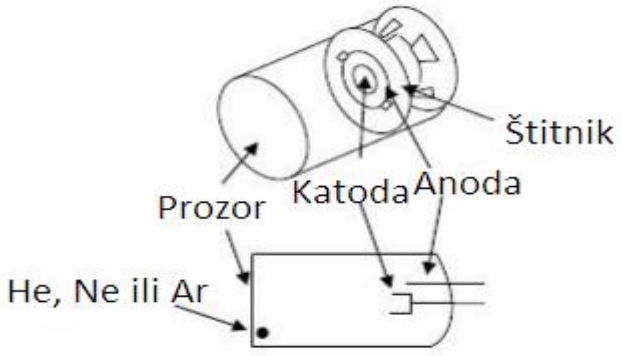
Slika 5. Shema atomskog apsorpcijskog spektrometra[9]

Izvor zračenja (najčešće žarulja sa šupljom katodom) emitira zračenje koje je karakteristično za analit koji se određuje. Svjetlo koje je nastalo iz izvora zračenja prolazi kroz prostor za atomizaciju u kojem se nalaze atomi analiziranog uzorka koji apsorbiraju dio energije. Idealni atomizator cijeli uzorak pretvara u atomsku paru, stoga prema učinku stvaranja atomske pare određena je osjetljivost analize.[10] Potom slijedi monokromator, koji izolira tj. propušta samo određeni dio nastalog zračenja do detektora koji bilježi signal.

1.7 Osnovni dijelovi apsorpcijskog spektrometra

1.7.1 Izvor zračenja

Izvor zračenja u atomskoj apsorpcijskoj spektrometriji mora proizvesti stabilni i uski linijski spektar za element koji se određuje. Najčešće korišteni izvor zračenja kod atomske apsorpcijske spektrometrije je žarulja sa šupljom katodom (engl. *Hallow Chatode Lamp,* HCL). Slika 6. predstavlja shematski prikaz žarulje sa šupljom katodom. Ona se sastoji od zataljene staklene cijevi u kojoj se nalaze volframova anoda i cilindrična katoda te je ispunjena inertnim plinom (argonom) pod niskom tlakom (100 - 600 Pa). Katoda je napravljena od metala koji se analizira, što ovu metodu čini izrazito selektivnom. Primjenom potencija od približno 300 V na elektrodama dolazi do ionizacije argona te nastaje struja od 5-10 mA, jer kationi argona putuju prema katodi, a elektroni prema anodi. Pri velikom potencijalu kationi argona udaraju u katodu dovoljno velikom energijom što dovodi do izbijanja atoma metala s katode te u konačnici dovodi do stvaranja atomskog oblaka. Dio atoma u atomskom oblaku nalazi se u pobuđenom stanju te povratkom u osnovno stanje emitira svoje tipične valne duljine. Žarulje sa šupljom katodom mogu sadržavati jedan ili više elemenata za određivanje. Žarulje s više elemenata mogu sadržavati od 2 do 7 različitih elemenata koji međusobno ne smiju interferirati. Njihov nedostatak je to što mogu uzrokovati smanjenje maksimalne apsorbancije.



Slika 6. Shematski prikaz žarulje sa šupljom katodom[10]

Osim žarulja sa šupljom katodom koriste se i bezelektrode žarulje uz izbijanje (engl. *Electrodless Discharge Lamp,* EDL). Bezelektrodne žarulje su prikladne kao izvor atomskih linijskih spektara, a njihovi intenziteti zračenja su 1 do 2 reda veličina jači nego intenzitet

zračenja žarulja sa šupljom katodom. Bezelektrodne žarulje se sastoje od kvarcne cijevi koja sadrži inertan plin (argon) pri tlaku od nekoliko stotina Pa te male količine metala koji se analizira ili njegove soli. Ova žarulja za razliku od žarulje sa šupljom katodom ne sadrži elektrodu, nego koristi energiju jakog polja radio-frekvencijskog ili mikrovalnog zračenja. U tim poljima dolazi do ionizacije argona, ioni se ubrzavaju visokofrekvencijskom komponentom polja sve dok ne postignu energiju koja je potrebna za pobuđivanje atoma metala, čiji se spektar traži. Iako su bezelektrodne žarulje uz izbijanje snažniji izvor zračenja imaju duži vijek trajanje od žarulja sa šupljom katodom, te daju veću osjetljivost i određuju metale pri nižim koncentracijama, ipak se manje koriste jer su trenutno dostupne samo za 17 elemenata.

1.7.2 Grafitna peć

Grafitna peć je dio atomskog apsorpcijskog spektrometra u kojem se odvija atomizacija uzorka. Točnije, atomizacija se odvija u cilindričnoj grafitnoj kiveti koja je otvorena na oba kraja te joj se u središtu nalazi šupljina za unošenje uzorka pomoću mikropipete.[11] Slika 7. prikazuje grafitnu kivetu i njeno mjesto postavljanja. Grafitna kiveta se postavlja na cilindrične grafitne kontakte koji su smješteni u metalnom kućištu koje je hlađeno vodom. Hlađenje vodom omogućava grafitnoj kiveti brz povratak na sobnu temperaturu između mjerenja (sa 2200 °C na 20 °C u 20 sekundi). Kiveta je građena od jednog komada čistog elektrografita visoke gustoće te je prekrivena slojem pirolitičkog grafita. Grafitne kivete imaju vijek trajanja između 50 i nekoliko stotina mjerenja, ovisno o vremenu atomizacije, temperaturi, protoku plina kao i tipu uzorka.[11] Unutar grafitne kivete ispod otvora za unošenje uzorka nalazi se L´vovljev podložak koji služi da se uzorak pri povišenju temperature grafitne kivete ne atomizira odmah.[7] L'vovljevim podloškom su smanjene interferencije, što dovodi do maksimalne ponovljivosti.

Slika 7. Grafina peć i grafitna kiveta

Standardni program peći se sastoji od četiri koraka:

1. **Sušenje** – otopina uzorka se isparava;
2. **Piroliza** – u ovom koraku uklanja se što je više moguće organskih onečišćenja;
3. **Atomizacija** – uzorak se prevodi u atomski oblak koji se nalazi na putu zrake i apsorbira zračenje;
4. **Čišćenje** – nakon atomizacije povećava se temperatura kako bi se peć pripremila za sljedeći uzorak;

Svaki od ova četiri koraka odvija se na drugoj temperaturi, pri čemu se sušenje i čišćenje odvija na istoj temperaturi za svaki element, a piroliza i atomizacija se odvijaju na temperaturama specifičnim za svaki element što se može vidjeti na slici 8.

Step	Tempera-ture (°C)	Ramp Time (s)	Hold Time (s)	Gas Flow (mL/min)
Dry 1	110	1	20	250
Dry 2	130	5	30	250
Pyrolysis	from table	10	20	250
Atomize	from table	0	5	0
Clean-out	2400	1	2	250

Slika 8. Program grafitne peći[11]

Inertna atmosfera (bez prisustva kisika) je preduvjet za svaku analizu korištenjem grafitne peći. Inertni plinovi prolaze oko grafitne kivete, što predstavlja vanjski protok, kao i kroz nju, što predstavlja unutarnji protok. Vanjski protok inertnog plina (argona) štiti cijev od vanjskih utjecaja koji bi mogli nastati zbog visoke temperature (spaljivanje). Unutarnji protok se koristi kako bi se uklonili svi mogući međuprodukti tokom razgradnje uzorka.

1.7.3 Monokromator

Monokromator je uređaj za izdvajanje zračenja uskog područja spektra i omogućava propuštanje skupine susjednih valnih duljina. Sastavni dio je spektrofotometra i drugih instrumenata čiji se rad temelji na preciznom mjerenju intenziteta svjetlosti određene valne duljine. U monokromatoru se nalazi i disperzno sredstvo koje može biti prizma ili difrakcijska rešetka. Prizma je građena od kvarca i koristi se u području zračenja iznad 170 nm, što uključuje i ultraljubičasto zračenje. Prizma od borosilikatnog stakla ne propušta ultraljubičasto zračenje, ona vrijedi za valne duljine iznad 340 nm te nije pogodna za atomski apsorpcijski spektrometar jer dolazi do raspršenja s porastom valne duljine. Difrakcijska rešetka predstavlja veliki broj paralelnih i blizu smještenih pukotina koje se nalaze na ulaštenoj površini.[7] Kod difrakcijskih rešetki dolazi do razlaganja upadnog vala na različite valne duljine.

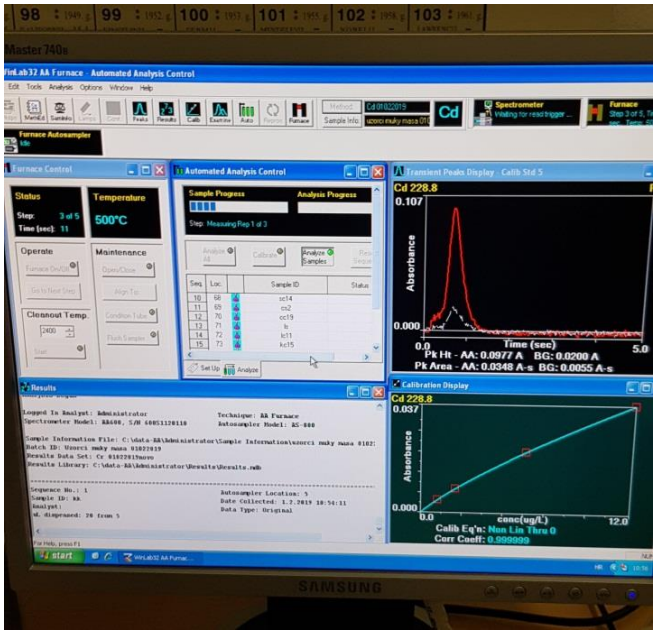
1.7.4 Detektor

Detektor je fotomultiplikator koji elektromagnetsko zračenje pretvara u električni napon. Sastoji se od fotoemisijske katode, nekoliko dinoda i anode koje su smještene u vakuumu.

Površina fotoemisijske katode je premazana s fotoosjetljivim materijalom kao što su alkalijski metali ili metalni oksidi koji prilikom ozračivanja emitiraju elektrone. Jednom emitirani elektroni (fotoelektroni) sada ubrzavaju prema dinodi čiji je potencijal pozitivniji od potencijala katode. Kada fotoelektroni udare o površinu dinode proizvedu nekoliko dodatnih elektrona koji se ubrzaju prema drugoj dinodi, koja je pozitivnija od prve, što ponovno dovede do umnožavanja elektrona. Sve se ovo ponavlja onoliko puta koliko ima dinoda u sustavu. Svi novo nastalielektroni se skupljanju na anodi gdje se nastala struja pojačava i mjeri.[7]

1.7.5 Signal

Kod atomske apsorpcijske spektrometrije signal je omjer intenziteta upadnog zračenja i propuštenog zračenja, drugim riječima signal je apsorbancija. Prilikom rada s atomskim apsorpcijskim spektrometrom signal se očitava na računalu pomoću posebnog programa koji je povezan s uređajem. Signal se prikazuje pomoću pika koji bi prilikom mjerenja trebao biti pravilan. U slučaju kada pik apsorbancije naglo mijenja oblik ili je nepravilan to znači da pored pozadinskih interferencija ima i interferencija u uzorku, koje mogu biti uzrokovane prisutnošću onečišćenja ili nekom greškom u radu. Signal interferirajućih vrsta se također očitava te se korigira signal analita. Temeljem analitičkih signala standardnih otopina u programu se izrađuje krivulja umjeravanja. Kao što je vidljivo iz slike 9. korištenjem programa se kontrolira i temperatura peći kao i uvjeti rada te su prikazane sve funkcije instrumenta.



Slika 9. Mjerni signal AAS-a, krivulja umjeravanja, temperatura

1.8 Priprema sustava za analizu

Prije same analize uzorka ili materijala potrebno je sustav pripremiti za analizu. Sama priprema sustava za analizu sastoji se od niza koraka:

- Sigurnosna provjera (radi li ventilacija u prostoriji, povezanost pomoćnih uređaja i rashladnog sustava, boca za otpadne vode, dovod plinova);
- Uključivanje sustava (uključivanje uređaja te potom računala, provjera prisutnosti žarulje, uključivanje dodatnih uređaja, pokretanje programa na računalu);
- Isključivanje sustava (isključivanje plinova, izlazak iz programa na računalu, isključivanje uređaja te potom dodatnih uređaja, isključivanje računala, ispiranje boce s otpadom)

1.8.1 Uključivanje sustava

Uključivanje sustava se sastoji od niza koraka koji osiguravaju duži vijek trajanja uređaja, kao i što točniju i precizniju analizu. Prije same analize potrebno je provjeriti da li su svi pomoćni uređaji kao i rashladni sustav uređaja točno povezani, te je li boca za otpadne otopine prazna. Prvo se potvara sustav za dovod plinova, nakon čega se u sustav puštaju inertni plinovi. Oni se puštaju tako što se prvo otvori ventil na boci te se potom otvara izlazni ventil. Ventilom za regulaciju se namješta tlak na vrijednost od 4 bara, nakon čega se otvori

dovodni ventil do uređaja. Kada se otvori ventil koji vodi inertne plinove do uređaja radi se fina regulacija tlaka (3,5 – 4 bara) na samome ventilu. Kod korištenja dušika kao inertnog plin uz tlak potrebno je paziti i na temperaturu sustava, jer ako ona prelazi 2300 °C dolazi do razvijanja cijana (CN_2). Nakon puštanja plinova u sustav uključuje se računalo. Prije samog uključivanja spektrometra mora se postaviti žarulja sa šupljom katodom, zatim se uključuje spektrometar preko prekidača koji se nalazi na njegovoj prednjoj strani. Po potrebi se dodaje sustav za protočnu analizu. U slučaju da su prethodnim korištenjem uređaju napravljene promjene u konfiguraciji, kao na primjer postavljen set na samouzorkivaču potrebno je rekonfigurirati sustav. Zadnji korak u uključivanju uređaja je pokretanje odgovarajućeg programa na računalu.

1.8.2 Instalacija i uklanjanje žarulja

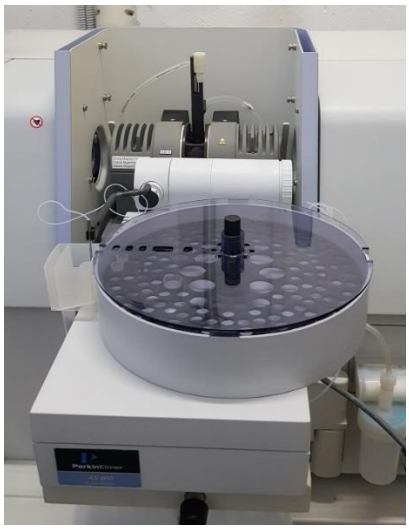
Spektrometar je dizajniran tako da može koristiti žarulje sa šupljom katodom (HCL) i bezelektrodne žarulje uz izbijanje (EDL). Odjeljak u kojem se nalaze žarulje smješten je s lijeve strane uređaja i može sadržavati do 8 HCL, te do 4 EDL čiji se priključak za struju nalazi s lijeve strane od držača. Položaj žarulja u samom uređaju je prikazan na slici 10. U slučaju da u uređaju ima više žarulja koje u sebi sadrže element potreban za analizirati, uređaj odabire onu žarulju koja je na prvoj dostupnoj poziciji (na poziciji 1). Prilikom uklanjanja žarulja treba paziti da se nikada ne uklanjaju dok su još uključene u program. Prilikom njihova uklanjanja prvo ih je potrebno isključiti u programu te potom ukloniti iz samog uređaja. Žarulje se u programu isključuju na način da se u izborniku *Toolbar* klikne na *Lamps*, tu se provjeri da li su žarulje isključene (pokazivači ne smiju biti zeleni). Zatvori se prozor u programu i isključi te uklone žarulje.

Kod postavljanja EDLs-a potrebno je paziti da su spojene u točan priključak jer u protivnome može uzrokovati oštećenja na spektrometru. Ove žarulje je potrebno spojiti i na izvor jakog polja koji omogućava žarulji emitiranje zračenje. Na slici 10. je prikazana na poziciji 3 jedna EDLs žarulja.

Slika 10. Žarulje u uređaju

1.8.3 Postavljanje podloška s uzorcima

Iako podložak s uzorcima i samouzorkivač nisu sastavni dijelovi atomskog apsorpcijskog spektrometra, ovi dodatni dijelovi se koriste kako bi se izbjegle pogreške prilikom stavljanja uzorka u grafitnu kivetu. S obzirom da se radi o jako malim količinama uzorka ovi dijelovi omogućuju smanjenje grešaka uzrokovanih ljudskim faktorom. Podložak s uzorcima može biti smješten s lijeve strane gdje može biti samostalno postavljen te s desne strane uređaja ili ispred prostora za atomizaciju ako se na uređaju nalazi samouzorkivač. Za postavljanje podložka s uzorcima potrebno je prvo postaviti njegovo postolje na atomski apsorpcijski spektrometar s prednje stane. Tek kada je postolje sigurno postavljeno na njega se lagano postavi podložak. Slika 11. prikazuje podložak s uzorcima zajedno sa samouzorkivačem.



Slika 11. Podložak s uzorcima i samouzorkivač

1.8.4 Isključivanje sustava

Kod isključivanja, prvo se isključuje program na računalu, a nakon toga se isključuje spektrometar. Prvi korak u isključivanju sustava je ispiranje samouzorkivača te isključivanje žarulja. Potom se izlazi iz programa na računalu (*File* → *Exit*). Uređaj se isključuje pomoću prekidača na prednjoj ploči te se isključuju dodatni sustavi ako ih ima, nakon čega slijedi isključivanje računala te ispiranja boce s otpadom. Posljednji korak je zatvaranje plinskog sustava, tako da se prvo zatvori dovodni ventil do uređaja, potom se zatvori izlazni ventil i u konačnici se zatvori ventil na boci. U slučaju kada je potrebno hitno isključivanje sustava spektrometar se isključuje pomoću tipke koja se nalazi na prednjoj strani uređaja, zatim se isključuje dovod plinova.

Ukoliko dođe do prisilnog isključivanja uređaj se uključuje po ranije navedenoj proceduri. Grafitna peć se zagrijava ručnim pokretanjem programa, a samouzorkivač se ispire. Nakon toga slijedi isključivanje po pravilnoj proceduri. U slučaju da dolazi do čestog prisilnog isključivanja uređaja potrebno je zvati ovlaštenog servisera.

1.9 Održavanje uređaja

Održavanje uređaja je jako bitno kako bi uređaj što duže i što točnije radio. Održavanje uređaja provodi specijalizirana osoba kako bi se provelo što kvalitetnije jer loše održavanje uređaja može dovesti do njegova kvara. Osim održavanja samog uređaja pažnju je potrebno obratiti i na prostor oko uređaja kako bi što duže radio kao i dao što točnije i kvalitetnije rezultate. Ovo je posebno važno ako se radi s otrovnim tvarima i kada se mjeri analit u tragovima. Prilikom ostavljanja isključenog uređaja na duži period obavezno je očistiti sve dijelove kako ne bi došlo do oštećenja uzrokovanih onečišćenjima. Održavanje uređaja sastoji se od više postupaka koji će u daljnjem tekstu biti detaljnije objašnjeni.

1.9.1 Popis postupaka održavanja uređaja

Tablica 1: Popis postupaka održavanja uređaja

Održavanje spektrometra	
Vanjske površine	Obrisati vanjsku površinu uređaja krpom s malo razrijeđene otopine deterdženta. Površine su otporne na slabe kiseline i lužine te u manjoj mjeri na jake kiseline, baze i organske otopine.
Filteri zraka	Potrebno ih je mijenjati jednom godišnje, ili češće ako se radi u prašnjavoj sredini.
Odjeljak raspršivača, prozori i žarulje	Najčešće ne zahtijevaju čišćenje osim ako se na njima nalaze nečistoće npr. otisci prstiju pa ih je potrebno samo prebrisati.
Sustav za odvod plinova	
Uzorci kao što su krv, šećer ili ulje zahtijevaju češće čišćenje sustava.	
Posuda za vodu	Nadopuniti s destiliranom vodom prije svake grupe uzoraka. Potrebno je paziti da uvijek postoji para koja stvara mjehuriće u cijevi kada sustav radi.
Filter	Potrebno je promijeniti uložak filtera prije svake grupe uzoraka.
Držač mlaznice	Po potrebni se čisti krpom s malo razrijeđene otopine deterdženta ili slabe kiseline i destilirane vode. U slučaju oštećenja mijenja se prsten.
Odvodna crpka	Čisti se etanolom uz pomoć programa grafitne peći.
Plinska cijev	Po potrebi se čiste otopinom deterdženta, slabom kiselinom, etanolom i destiliranom vodom.
Grafitna mlaznica	

1.9.2 Postupci održavanja spektrometra

1.9.2.1 Čišćenje stakla optičkog sustava

Većina staklenih dijelova je unutar spektrometra te je zaštićena zbog čega ovi dijelovi ne zahtijevaju čišćenje u slučaju da ventilacija u laboratoriju ispravno radi. Dijelovi koji se nalaze dostupni onečišćenjima su: staklo prostora za atomizaciju, žarulja i staklo grafitne peći. Svi ovi dijelovi uređaja su osjetljivi te se savjetuje da ih čisti ovlaštena osoba. Niti jedan od ovih staklenih dijelova ne dira se izravno rukama jer to može dovesti do njihova onečišćenja ili oštećenja. Staklene površine se prvo očiste s mlazom suhog zraka. Brisanje se provodi tako da se mekana krpa navlaži spektroskopskim alkoholom (alkoholom vrlo visoke čistoće iz kojega su uklonjena onečišćenja koja bi mogla dovesti do apsorbancije). Stakla optočnog sustava se čiste alkoholom jer se on jako brzo suši što ne dovodi do ostajanja tragova sušenja. Obavezno se mora paziti da se staklo nikako ne trlja jer bi to moglo dovesti do nastajanja ogrebotina. U slučaju da nastanu ogrebotine na ovim dijelovima uređaja, potrebno ih je odmah zamijeniti.

1.9.2.2 Održavanje električnih dijelova

Električni dijelovi instrumenta ne sadrže dijelove koje bi sam korisnik mogao održavati. Dio koji korisnik može sam održavati je prekidač (limitator) koji štiti sustav od prevelikog trošenja struje. Kada se prekidač (limitator) aktivira, sustav se gasi, što se može dogoditi dok sustav radi. Kada se to dogodi pričeka se nekoliko sekundi te se sustav ponovno uključi. U slučaju da se ovo događa često potrebno je zvati ovlaštenog servisera. Osim prekidača korisnik može sam zamijeniti utičnice za uređaje spojene na atomski apsorpcijski spektrometar. Ovi dijelovi se mijenjaju tako da se prvo isključi dovod struje u uređaj te se odvijačem oslobodi vijak koji drži utičnicu. Izvadi se oštećena utičnica te se zamjeni novom, odgovarajućom. Prilikom mijenjanja utičnice potrebno je paziti da nova ima iste karakteristike kao i oštećena. Tek kada se promjene oštećene utičnice uređaj se ponovno uključuje u struju.

1.9.2.3 Mijenjanje filtera

Kako bi se svi električni dijelovi sustava ohladili, filteri moraju omogućiti prolaz zraka u instrument. Filteri se nalaze na stražnjoj strani uređaja. Oni se moraju provjeravati redovito otprilike jednom godišnje te u slučaju da su onečišćeni moraju se mijenjati. Prilikom

mijenjanja filtera prvo se skine plastična rešetka koja ga drži na mjestu. Stavi se novi filter te se vrati plastična rešetka.

1.9.2.4 Namještanje grafitne peći

Peć se namješta u tvornici, te ju većinom ne bi trebalo ponovno namještati. Ukoliko se peć malo pomakne u odnosu na izvor zračenja, što može dovesti do smetnji prilikom emitiranja zračenja, treba ju ponovno namjestiti. Prije samog namještanja peći treba provjeriti da li je žarulja namještena kako treba, jesu li prozori peći čisti te da nema nikakvih prepreka izvoru zračenja izvan peći. Ako je sve navedeno čisto ili pravilno postavljeno potrebno je namjestiti grafitnu peć. Prilikom namještanja peći prvo je potrebno u uređaj postaviti grafitnu kivetu kao i žarulju. Zatim se uključuje računalni program u kojem je otvoren prozor *Align Lamps*. Kada je otvoren potrebni prozor, namješta se pećnica, sve dok očitanje ne bude na maksimumu. Pećnica se namješta pomoću horizontalnog vijka koji se nalazi na prednjoj strani uređaja i vertikalnog vijka koji se nalazi na gornjoj strani. Otpuštanjem vijaka omogućeno je pomicanje peći u onom smjeru u kojem se povećava očitavanje u prozoru programa. Kada se dobije maksimum stegnu se vijci kako bi peć ostala na položaju u kojem ništa ne ometa snop zračenja.

1.9.2.5 Održavanje sustava za odvod plinova

Dijelovi sustava za održavanje plinova prikazani su na slici 12. Proces održavanja sastoji se od nekoliko postupaka:

- Nadopunjavanje i čišćenje posude za vodu (1); posuda za vodu se čisti i nadopunjava destiliranom vodom po potrebi;
- Mijenjanje uložaka filtera (2); prilikom mijenjanja uloška filtera, prvo je potrebno izvaditi držač filtera tako da se lagano zakrene i izvuče. Potom se izvadi uložak filtera i stavi se novi filter;
- Čišćenje šupljine držača mlaznice (3); držač mlaznice se izvadi tako da se jednom rukom on čvrsto drži, a drugom rukom se povuče čep koji se nalazi na držaču. Kada se skine čep šupljina se očisti uskom dugom krpom;
- Zamjena i namještanje mlaznice (3); nakon što se mlaznicu izvadi iz njenog držača ona se mijenja tako što se zakrene prema lijevo i lagano povuče prema dolje. Kada se skine, čisti se pomoću krpe koja je namočena u otopinu deterdženta ili slabe kiseline

te se ispere destiliranom vodom. Nakon što se očisti, mlaznica se vraća u držač laganim zakretanjem prema desno i guranjem prema gore sve dok nije čvrsto pričvršćena;

- Poravnavanje mlaznice (3); mlaznica se poravnava pomoću vijka koji se nalazi na vrhu sustava na koji je spojen držač mlaznice (4);
- Čišćenje crpke za odvod (5); crpka za odvod se čisti tako što se prvo ukloni držač filtera zajedno s filterom te se na to mjesto spoji lijevak koji se puni etanolom. Nakon što se stavi lijevak pomoću programa na računalu se postavlja metoda čišćenja odvodne crpke na temperaturu od 50 °C s vremenom protoka od 60 sekundi, kao i vremenom zadržavanja 60 sekundi u dva intervala te jedan interval s vremenom protoka i zadržavanja 1 sekundu te se pokreće program. Ova metoda se postavlja tako da se u računalnom programu u izborniku *Method Editor → Furnace Program* unesu potrebna vremena kao i temperatura. Nakon završetka čišćenja lijevak se uklanja te se vraća držač filtera;
- Uklanjanje, čišćenje i namještanje cijevi za odvod plinova (6); cijev se uklanja tako da se odvoji od posude za vodu kao i od cijelog sustava za odvod plinove te lagano izvuče iz prostora za atomizaciju. Zatim se čisti otopinom razrijeđenog detergenta ili razrijeđenom kiselinom te je obavezno ispiranje destiliranom vodom. Prilikom vraćanja cijevi prvo se spoji na posudu za vodu te se lagano provuče kroz prostor za atomizaciju sve do stražnje strane grafitne peći te se spaja na sustav za odvod plinova.

Slika 12. Dijelovi sustava za dovod plinova

2 EKSPERIMENTALNI DIO

2.1 Osnovna procedura prije svake analize

1. Nadopuna i ispiranje sustava za ispiranje

Prije svake analize potrebno je napraviti niz koraka. Prvo se treba provjeriti da li su boca s radnom otopinom (0,2 % HNO_3) kao i boca s otopinom za ispiranje pune. Sustav se ispire pomoću programa na računalu na način da se ide u izbornik *Furnace control* → *Flush sampler* i ovaj korak se ponavlja toliko često koliko se želi ispirati sustav za ispiranje ili izbaciti zrak iz sustava. Zadnji korak je pražnjenje boce s otpadom.

2. Namještanje samouzorkivača

Prvo se podigne pipeta iznad otvora za ispiranje. U programu na računalu klikne se na *Furnace control* → *Algin tip* → *Unlocked above tube*. Koristeći vijak za određivanje dubine vrlo oprezno se spusti pipeta upravo iznad kivete. Namješta se naprijed - nazad odnosno lijevo - desno pomicanjem samouzorkivača. Obavezno treba biti uključena barem jedna žarulja kako bi se vidjelo da pipeta ulazi u grafitnu kivetu. Žarulja se uključuje u programu na računalu klikom na *Toolbar* → *Lamps* → *ON*. Klikom na *Finish* se sprema pozicija.

3. Namještanje dubine ulaska pipete

Kada je pipeta namještena za pravilan ulaz u kivetu daje se naredba da se provjeri dubina ulaska pipete. Dubina ulaska se provjerava koristeći ogledalce, koje se nalazi s desne strane pećnice. Nakon provjere dubine ulaska ogledalce se podiže.

Uz provjeru koristeći ogledalce, dubinu ulaska pipete u kivetu može se provjeriti i korištenjem računalnog programa. Provjera preko računalnog programa vrši se preko izbornika *Furnace control* → *Align autosampler tip wizard* → *Check autosampler tip alignment in the graphite tube*. Nakon što računalni program dopusti pomicanje kljucalice ona se namješta da ulazi na potrebnu dubinu. Pomicanjem kljucalice utvrđuje se dubina do koje pipeta ulazi u kivetu. Kada je sigurno da je pipeta namještena da ulazi na pravilnu dubinu u programu se potvrdi tako da se kline na *Finish*.

4. Namještanje dubine pipetiranja uzorka

Dubina pipetiranja uzorka namješta se pomoću računalnog programa nizom koraka: *Furnace control* → *Algin tip* → *Set the depht of autosampler tip in the sampling cup* → *Use of sample cup*. Kljucalicom se namjesti dubina pipetiranja, što ovisi o količini uzorka. Polovica plastične cijevi treba biti uronjena u uzorak i sve potvrditi pritiskom na *Finish*.

5. Namještanje dubine uranjanja u ispiralicu

Dubina uranjanja u ispiralicu se namješta računalnim programom sljedećim koracima: *Furnace control* → *Algin tip* → *Set the depht of autosampler tip in the sampling cup* → *Use a rinse lucation* → namjestiti kljucalicu → *Finish*.

2.2 Priprema standardnih i radnih otopina

c = 1000 µg/mL = 1000 mg/L = 1000

RADNE OTOPINE

- 0,2 % HNO_3
- 10 % HNO_3 za čišćenje

Radne otopine su pripremljene iz 65 % otopine HNO_3 proizvođača Kemika. Izračunati volumen se ulije u odmjernu tikvicu od 1 L te se doda destilirane vode do oznake kako bi dobili otopine potrebnih koncentracija.

STANDARDNE OTOPINE ELEMENATA:

- Al u 0,2 % HNO_3
- Cd u 0,2 % HNO_3
- Cr u 0,2 % HNO_3
- Cu u 0,2 % HNO_3
- Fe u 0,2 % HNO_3
- Ni u 0,2 % HNO_3
- Pb u 0,2 % HNO_3

Standardne otopine elemenata se pripravljaju iz standardne otopine proizvođača Perkin Elmer čija je koncentracija 1000 µg/mL za svaki standard. Potom se standardne otopine potrebnih koncentracija za analizu pripravljaju prenošenjem adekvatnog volumena u odmjernu tikvicu od 10 mL te se razrjeđuju s 0,2 % otopinom HNO_3 do oznake.

Dalje u tekstu su prikazani proračuni za potrebne volumene.

2.2.1 0,2 % HNO_3 za pripravu otopina standarda i uzoraka

0,2 % HNO_3 se pripravlja iz 65 % HNO_3 proizvođača Kemika

$\rho(HNO_3)$ = 1,39 kg/L = 1,39 g/mL

$Mr(HNO_3)$ = 63,01 g/mol

$$m(\mathrm{HNO_3}) = m(\mathrm{L})\ \mathrm{x}\ 0{,}65 = 1390\ \mathrm{g}\ \mathrm{x}\ 0{,}65 = 903{,}5\ \mathrm{g}$$

$$n(\mathrm{HNO_3}) = \frac{m\ (\mathrm{HNO_3})}{M(\mathrm{HNO_3})} = \frac{903{,}5\ \mathrm{g}}{63{,}01\ \mathrm{g/mol}} = 14{,}34\ \mathrm{mol}$$

Za 0,2 %-tnu otopinu HNO_3

$$100\ \% = \frac{0{,}2}{100}\ \mathrm{x}\ 1000 = 2\ \mathrm{mL}$$

$$m\ (65\%) = \frac{100\ \mathrm{x}\ 2}{65} = 3{,}077\ \mathrm{g}$$

$$\rho = \frac{m}{V} \rightarrow V = \frac{m}{\rho} = \frac{3{,}077\ \mathrm{g}}{1{,}39\ \mathrm{g/mL}} = 2{,}21\ \mathrm{mL}$$

2.2.2 10 % HNO_3 za čišćenje

Osnovna kemikalija za pripravu: Kemika HNO_3 65 %

$Mr(HNO_3)$ = 63,01 g/mol

$\rho(HNO_3)$ = 1,40 kg/l = 1,40 g/mL

$$m(\mathrm{HNO_3}) = m(\mathrm{L})\ \mathrm{x}\ 0{,}65 = 1400\ \mathrm{g}\ \mathrm{x}\ 0{,}65 = 910\ \mathrm{g}$$

$$n(\mathrm{HNO_3}) = \frac{m(\mathrm{HNO_3})}{M(\mathrm{HNO_3})} = \frac{910\ \mathrm{g}}{63{,}01\ \mathrm{g/mol}} = 14{,}42\ \mathrm{mol}$$

Potrebno 1 L 10 % HNO_3

$$100\% = \frac{10}{100}\ \mathrm{x}\ 1000 = 100\ \mathrm{mL}$$

$$m(65\%) = \frac{100\ \mathrm{x}\ 100}{65} = 153{,}846\ \mathrm{g}$$

$$\rho = \frac{m}{V} \rightarrow V = \frac{m}{\rho} = \frac{153{,}846\ \mathrm{g}}{1{,}40\ \mathrm{g/mL}} = 109{,}89\ \mathrm{mL}$$

2.2.3 Standardne otopine aluminija

Iz standardne otopine aluminija koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 30 µg/L za 0,09 A-s pripravljena su razrjeđenja koncentracija 60 ppb i 180 ppb te uređaj iz njih pripravlja preostale potrebne koncentracije s 0,2 % otopinom HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ = 15 ppb

$S_2 = S$ = 30 ppb

$S_3 = 2S$ = 60 ppb

$S_4 = 3S$ = 90 ppb

$S_5 = 6S$ = 180 ppb

1.

ST_A = 10 ppm

V_A = 10 mL

ST_0 = 1000 ppm

V_{ST0} = ?

$$V_{ST0} = \frac{ST_A \text{ x } V_{STA}}{ST_0} = \frac{10 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

2.

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_B \text{ x } V_{STB}}{ST_A} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

3.

ST_C= 180 ppb

V_{STC} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_C \text{ x } V_{STC}}{ST_A} = \frac{0{,}18 \text{ ppm x } 10\text{mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}18 \text{ mL} = 180 \text{ µL}$$

4.

ST_D = 60 ppb

V_{STD} = 10 mL

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_D \text{ x } V_{STD}}{ST_B} = \frac{60 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 6 \text{ mL}$$

2.2.4 Standardne otopine kadmija

Iz standardne otopine kadmija koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 2 µg/L za 0,13 A-s pripravljene su razrjeđenja koncentracija 4 ppb i 12 ppb iz kojih uređaj pripravlja otopine preostalih potrebnih koncentracija s 0,2 % otopinom HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ = 1 ppb

$S_2 = S$ = 2 ppb

S_3 = 2S = 4 ppb

S_4 = 3S = 6 ppb

S_5 = 6S = 12 ppb

1.

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = 10 mL

ST_0 = 1000 ppm

V_{ST0} = ?

$$V_{ST0} = \frac{ST_A \text{ x } V_{STA}}{ST_0} = \frac{10 \text{ ppm x } 10\text{mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

2.

ST_B=100 ppb

V_{STB} =10 ml

ST_A= 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_B \text{ x } V_{STB}}{ST_A} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ ml} = 100 \text{ µL}$$

3.

ST_C = 12 ppb

V_{STC} = 10 mL

ST_B =100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_C \text{ x } V_{STC}}{ST_B} = \frac{12 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 1{,}2 \text{ mL} = 120 \text{ µL}$$

4.

ST_D = 4 ppb

V_{STD} = 10 mL

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_D \text{ x } V_{STD}}{V_{STB}} = \frac{4 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 0{,}4 \text{ mL} = 400 \text{ µL}$$

2.2.5 Standardne otopine kroma

Iz standardne otopine kroma koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 10 µg/L za 0,13 A-s pripravljena su razrjeđenja koncentracija 20 ppb i 60 ppb iz kojih uređaj pripravlja otopine sljedećih koncentracija u 0,2 % otopini HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ = 5 ppb

$S_2 = S$ =10 ppb

$S_3 = 2S$ = 20 ppb

$S_4 = 3S$ =30 ppb

$S_5 = 6S$ = 60 ppb

1.

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = 10 mL

ST_0 = 1000 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_A \text{ x } V_{STA}}{ST_0} = \frac{10 \text{ ppm x } 10\text{mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ ml} = 100 \text{ µL}$$

2.

ST_B = 100 ppb

V_{STB}= 10 ml

ST_A=10 ppm

V_{STA} =?

$$V_{STA} = \frac{ST_B \text{ x } V_{STB}}{ST_A} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

3.

ST_C = 60 ppb

V_{STC} = 10 mL

ST_B =100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_C \text{ x } V_{STC}}{ST_B} = \frac{60 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 6 \text{ mL}$$

4.

ST_D = 20 ppb

V_{STD} = 10 mL

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_D \text{ x } V_{STD}}{ST_B} = \frac{20 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 2{,}0 \text{ mL}$$

2.2.6 Standardne otopine bakra

Iz standardne otopine bakra koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 25 µg/L za 0,13 A-s pripravljena su razrjeđenja koncentracije 50 ppb i 150 ppb te je uređaj iz njih pripravio ostala potrebna razrjeđenja s 0,2 % otopini HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ = 15,5 ppb

$S_2 = S$ = 25 ppb

$S_3 = 2S$ = 50 ppb

$S_4 = 3S$ = 75 ppb

$S_5 = 6S$ = 150 ppb

1.

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = 10 mL

ST_0 = 1000 ppm

V_{ST0} = ?

$$V_{ST0} = \frac{ST_A \text{ x } V_{STA}}{ST_0} = \frac{10 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

2.

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_B \text{ x } V_{STB}}{ST_A} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

3.

ST_C = 150 ppb

V_{STC} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_C \text{ x } V_{STC}}{ST_A} = \frac{0{,}15 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}15 \text{ mL} = 150 \text{ µL}$$

4.

ST_D = 50 ppb

V_{STD} = 10 mL

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_D \text{ x } V_{STD}}{ST_B} = \frac{50 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 5 \text{ mL}$$

2.2.7 Standardne otopine željeza

Iz standardne otopine željeza koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 20 µg/L za 0,15 A-s pripravljene su otopine koncentracije 40 ppb i 120 ppb te uređaj iz njih radi razrjeđenja preostalih koncentracija u 0,2% otopini HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ =10 ppb

S_2 = S = 20 ppb

S_3 = 2S = 40 ppb

S_4 = 3S = 60 ppb

S_5 = 6S = 120 ppb

1.

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = 10 mL

ST_0 = 1000 ppm

V_{ST0} = ?

$$V_{ST0} = \frac{ST_A \text{ x } V_{STA}}{ST_0} = \frac{10 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

2.

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_B \text{ x } V_{STB}}{ST_A} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

3.

ST_C = 120 ppb

V_{STC} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_C \text{ x } V_{STC}}{ST_A} = \frac{0{,}12 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}12 \text{ mL} = 120 \text{ µL}$$

4.

ST_D = 40 ppb

V_{STD} = 10 mL

ST_B = 100 ppb

V_{STA} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_D \text{ x } V_{STD}}{ST_B} = \frac{40 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 4 \text{ mL}$$

2.2.8 Standardne otopine nikla

Iz standardne otopine nikla koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 50 µg/L za 0,22 A-s pripravljena su razrjeđenja čije su koncentracije 50 ppb i 300 ppb, uređaj iz njih dalje pripravlja potrebne koncentracije u 0,2 % otopini HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ = 25 ppb

S_2 = S = 50 ppb

S_3 = 2S = 100 ppb

S_4 = 3S = 150 ppb

S_5 = 6S = 300 ppb

1.

$\mathrm{ST_A}$ = 10 ppm

V_{STA} = 10 mL

$\mathrm{ST_0}$ = 1000 ppm

V_{ST0} = ?

$$V_{\mathrm{ST0}} = \frac{\mathrm{ST_A} \text{ x } V_{\mathrm{STA}}}{\mathrm{ST_0}} = \frac{10 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

2.

$\mathrm{ST_B}$ = 100 ppb

V_{STB} = 10 mL

$\mathrm{ST_A}$ = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{\mathrm{STA}} = \frac{\mathrm{ST_B} \text{ x } V_{\mathrm{STB}}}{\mathrm{ST_A}} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

3.

$\mathrm{ST_C}$ = 300 ppb

V_{STC} = 10 mL

$\mathrm{ST_A}$ = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{\mathrm{STA}} = \frac{\mathrm{ST_C} \text{ x } V_{\mathrm{STC}}}{\mathrm{ST_A}} = \frac{0{,}03 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}3 \text{ mL} = 300 \text{ µL}$$

4.

$\mathrm{ST_D}$ = 50 ppb

V_{STD} = 10 mL

$\mathrm{ST_B}$ = 100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{\mathrm{STB}} = \frac{\mathrm{ST_D} \text{ x } V_{\mathrm{STD}}}{\mathrm{ST_B}} = \frac{50 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 5 \text{ mL}$$

2.2.9 Standardne otopine olova

Iz standardne otopine olova koncentracije 1000 mg/L (ppm) čija je osjetljivost S = 50 µg/L za 0,15 A-s pripravljena su razrjeđenja čije su koncentracije 50 ppb i 300 ppb, koje uređaj sam razrjeđuje na ostale potrebne koncentracije s 0,2 % otopinom HNO_3.

$S_1 = \frac{1}{2}S$ = 25 ppb

S_2 = S = 50 ppb

S_3 = 2S = 100 ppb

S_4 = 3S = 150 ppb

S_5 = 6S = 300 ppb

1.

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = 10 mL

ST_0 = 1000 ppm

V_{ST0} = ?

$$V_{ST0} = \frac{ST_A \text{ x } V_{STA}}{ST_0} = \frac{10 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{1000 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

2.

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_B \text{ x } V_{STB}}{ST_A} = \frac{0{,}1 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}1 \text{ mL} = 100 \text{ µL}$$

3.

ST_C = 300 ppb

V_{STC} = 10 mL

ST_A = 10 ppm

V_{STA} = ?

$$V_{STA} = \frac{ST_C \text{ x } V_{STC}}{ST_A} = \frac{0{,}03 \text{ ppm x } 10 \text{ mL}}{10 \text{ ppm}} = 0{,}3 \text{ mL} = 300 \text{ µL}$$

4.

ST_D = 50 ppb

V_{STD} = 10 mL

ST_B = 100 ppb

V_{STB} = ?

$$V_{STB} = \frac{ST_D \text{ x } V_{STD}}{ST_B} = \frac{50 \text{ ppb x } 10 \text{ mL}}{100 \text{ ppb}} = 5 \text{ mL}$$

2.3 Namještanje pećnice i samouzorkivača

1. Žarulja treba biti uključena

   ON – samo je uključena da se grije (samo EDL lampe zahtijevaju grijanje)

   SETUP – spremna je za upotrebu

   Ako se koriste multielementne žarulje potrebno je odrediti koji element se želi tako da u izborniku izabere odgovarajući element.

2. Izvesti *SPECTROMETER (INSTRUMENT) BLANK*

   Analysis → Read signal

   Očitavanja moraju biti blizu 0 s ravnim oblikom pika ili bez pika. Navedeno pokazuje da li je pećnica dobro postavljena. Ukoliko nije 0 potrebno je korigirati položaj pećnice kako ništa ne bi ometalo prolazak zrake svijetlosti.

   Protokol:

   -izvaditi pećnicu iz uređaja kako ništa ne bi bilo na putu zrake;

   -*Tools → Continous graphics*;

   -*AutozeroGraph*;

   -vratiti pećnicu na mjesto;

   -apsorbancija može najviše biti 0,0011, jer svaki kvarcni prozor nosi 0,000055.

3. Izvesti *FURNACE BLANK*

   Furnace → Furnace ON/OFF.

   Furnace blank pokazuje postoji li memorijski efekt – pokreće program za odabranu metodu, ali bez uzorka te mjeri.

   Apsorbancija mora biti blizu 0. U slučaju da nije tako potrebno je ponavljati korake čišćenja dok se ne dobije apsorbancija blizu 0. Čišćenje se provodi; *Cleanout → Start* 10 sekundi, ponovno *Start* da se pokrene. Ako čišćenje ne dovodi apsorbanciju blizu 0 potrebno je zamijeniti kivetu.

4. Namještanje samouzorkivača

   Kod namještanja samouzorkivača kljucalica se treba pomicati samo u jednom smjeru i to, iznad kivete u smjeru kazaljke na satu, te iznad samouzorkivača u smjeru suprotnom od smjera kazaljke na satu.

Namještanje samouzorkivača:

- U kivetu;
- U posudicu za uzorak;
- U posudicu za ispiranje.

5. <u>*Reagent blank*</u>

   Automated analysis control → *analyze* → *select location* (odrediti gdje se nalazi posudica sa 0,2 % HNO_3)

   Reagent blank pokazuje moguće nečistoće u otapalu.

   Ukoliko linija nije ravna i postoje pikovi potrebno je kontrolirati vodu, kiseline i posuđe.

2.4 Određivanje metala

Postupak određivanja metala je isti za svaki od odrađenih metala te se sastoji od niza koraka koji su:

1. Priprema standarda;
2. Postava u samouzorkivaču;
   I. *Blank* (HNO_3);
   II. Standard;
   III. *Diluent* (HNO_3).
3. Paljenje žarulje;
4. Kreiranje metode;
5. *Furnace blank*
6. *Algin tip* (po potrebi);
7. *Diluent blank*.

3 REZULTATI I RASPRAVA

3.1 Analiza metala i krivulje umjeravanja

3.1.1 Al – aluminij

Tablica 2 prikazuje način na koji uređaj pripravlja potrebne otopine standarda za analizu aluminija. Na poziciji 121 na samouzorkivaču nalazi se otopina 0,2 % HNO_3, pripravljena otopina standarda koncentracije 60 ppb nalazi se na poziciji 1, dok se otopina standarda koncentracije 180 ppb nalazi na poziciji 2. Iz navedenih otopina uzimaju se potrebni volumeni kako bi se pripravile otopine za analizu što je vidljivo iz tablice 2.

Tablica 2: Otopine aluminija

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand.) / µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	15	1	5	15
Standard 2	30	1	10	10
Standard 3	90	2	10	10
Standard 4	180	2	20	0

Valna duljina koja se koristi prilikom analize aluminija je 309,3 nm. Piroliza uzorka se odvija na 1200 °C te se na 2300 °C događa atomizacija aluminija. Za aluminij preporučeno vrijeme atomizacije je 3 sekunde. Svi ovi podatci prikazani su na slici 13.

```
Element: Al (Aluminum)

Setup Data
Wavelength (nm) ............... 309.3
Low Slit (nm) ................. 0.7
Rollover (abs) ................ 0.85
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 1200     Atomization .. 2300
Atomization Site .............. Pyro/Platform
Chemical Modifier: 0.015 mg Mg(NO3)2

Performance Checks
Characteristic Mass: Typical .. 31 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ............. 30 ug/L for 0.09 A-s
```

Slika 13. Preporučeni uvjeti za aluminij

Na slici 14. vidi se program peći koji je potreban za analizu aluminija.

Furnace Program

Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1200	10	20	250	Normal
4	2300	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

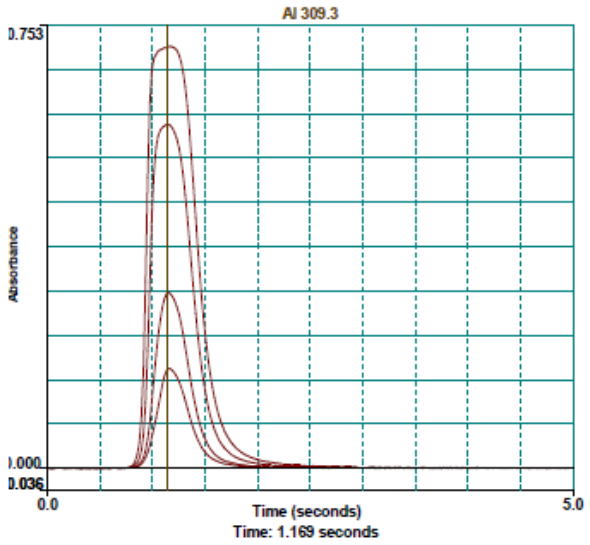
Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 14. Program peći za aluminij

Osjetljivost instrumenta za aluminij ovisi o temperaturi atomizacije, u slučajevima kada je osjetljivost niska potrebno je temperaturu atomizacije povisiti na 2400 °C. Također kod analize potrebno je izbjegavati kivete od polietilena, osim ako su prethodno očišćene pomoću kiseline, ali korištenje polistirena ili polikarbonata su bolji izbor. Također prije same analize uzorka potrebno je cjevčice samouzorkivača, boce za ispiranje kao i vrh pipete očistiti nekoliko puta sa 50 % dušičnom kiselinom te isprati ultra čistom vodom prije uporabe.

Analizom standardnih otopina različitih koncentracija aluminija dobiju se različite apsorbancije za svaku otopinu što je prikazano na slici 15. kao i navedeno u tablici 3. Iz slike se može vidjeti da se s povećanjem koncentracije aluminija u otopinama povećava apsorbancija koja svoju maksimalnu vrijednost dosegne u vremenu od 1,169 sekundi za svaku od korištenih otopina.

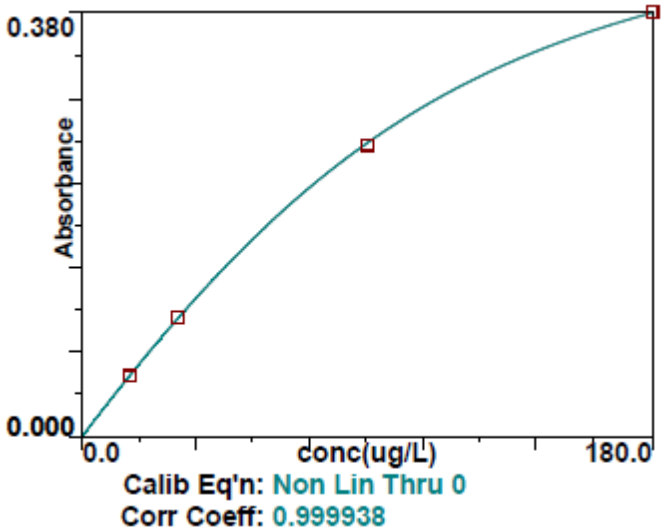


Slika 15. Apsorbancija aluminija

Tablica 3: Vrijednosti apsorbancije za aluminij

	Apsorbancija
Standard 1 = 15 ppb	0,16873
Standard 2 = 30 ppb	0,29805
Standard 3 = 90 ppb	0,58405
Standard 4 = 180 ppb	0,71630

Obradom eksperimentalnih podataka konstruirana je krivulja umjeravanja koja je prikazana na slici 16.



Slika 16. Krivulja umjeravanja za aluminij

3.1.2 Cd – kadmij

Tablica 4 prikazuje razrijeđenja otopine kadmija koje uređaj koristi za izradu krivulje umjeravanja. Na poziciji 121 na samouzorkivaču nalazi se otopina 0,2 % HNO_3, na poziciji 1 nalazi se pripravljena otopina standarda koncentracije 4 ppb, dok na je na poziciji 2 pripravljena otopina standarda koncentracije 12 ppb. Iz navedenih otopina uzima se potrebni volumen koji se razrijedi u točno određenom volumenu HNO_3 kako bi se dobila odgovarajuća koncentracija standarda za analizu. U tablici 4 su prikazani potrebni volumeni kao i korištene pripravljene otopine.

Tablica 4: Otopine kadmija

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand) /µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	1	1	5	15
Standard 2	2	1	10	10
Standard 3	6	2	10	10
Standard 4	12	2	20	0

Valna duljina koja se koristi za analizu kadmija je 228,8 nm. Kod kadmija piroliza se odvija na 500 °C, dok se atomizacija odvija na 1500 °C, što se može vidjeti na slici 17. Preporučeno vrijeme atomizacije je 3 sekunde.

```
Element: Cd (Cadmium)

Setup Data
Wavelength (nm) ............... 228.8
Low Slit (nm) ................. 0.7
Rollover (abs) ................ 0.80
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 500     Atomization .. 1500
Atomization Site .............. Pyro/Platform
Chemical Modifier: 0.05 mg NH4H2PO4 + 0.003 mg Mg(NO3)2

Performance Checks
Characteristic Mass: Typical .. 1.3 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ............. 2.0 ug/L for 0.13 A-s
```

Slika 17. Preporučeni uvjeti za kadmij

Slika 18. prikazuje program peći koji je potreban za analizu kadmija.

Furnace Program

Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	500	10	20	250	Normal
4	1500	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

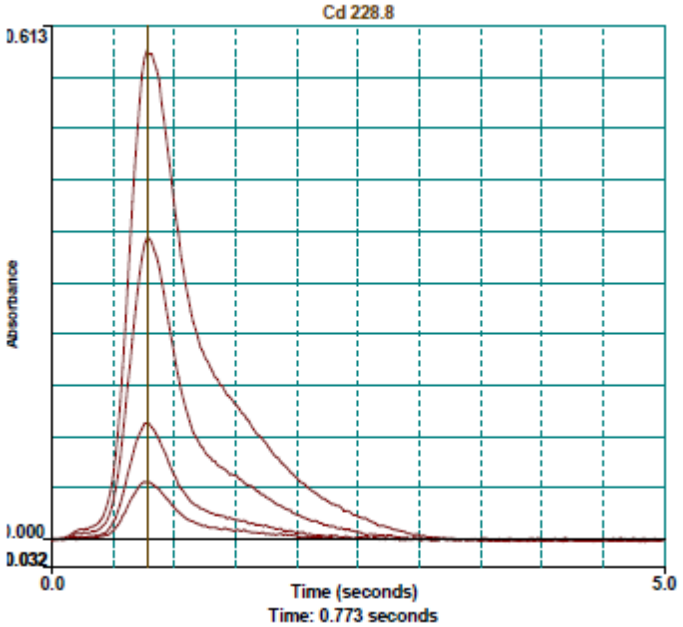
Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 18. Program peći za kadmij

Za razliku od aluminija za čiju analizu se koristi žarulja sa šupljom katodom, kod analize kadmija koristi se bezelektrodna žarulja. Ako se koristi žarulju sa šupljom katodom može doći do pojave emisijske linije koja može ometati rezultate zbog čega ona ima nisku osjetljivost. Da bi se ovo izbjeglo potrebno je prilikom korištenja žarulje sa šupljom katodom smanjiti jakost struje na 3 mA kako bi se povećala njena osjetljivost. Kod analize kadmija su moguća značajna onečišćenja.

Slika 19. je grafički prikaz povećanja apsorbancije kadmija s povećanjem njegove koncentracije u standardnim otopinama za vrijeme atomizacije. Svaka otopina svoju maksimalnu vrijednost apsorbancije ima u vremenu od 0,773 sekunde, dok se iz tablice 5 mogu vidjeti točne vrijednosti apsorbancija.

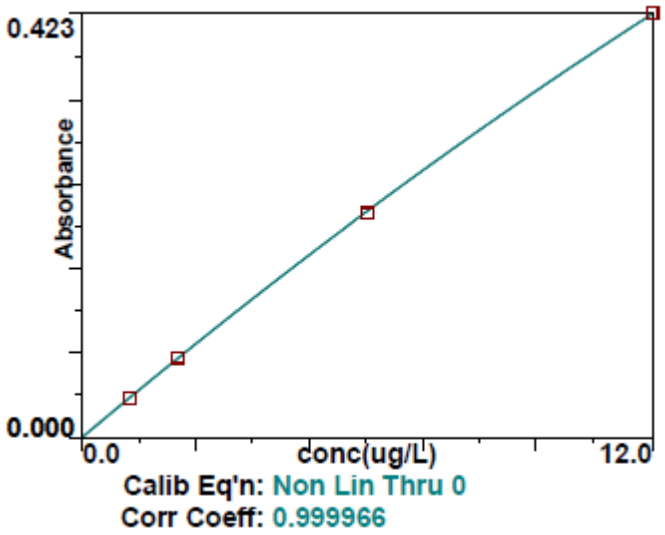


Slika 19. Apsorbancija za kadmij

Tablica 5: Vrijednosti apsorbancija za kadmij

	Apsorbancija
Standard 1 = 1 ppb	0,06787
Standard 2 = 2 ppb	0,13813
Standard 3 = 6 ppb	0,35892
Standard 4 = 12 ppb	0,58112

Obradom eksperimentalnih podataka konstruirana je krivulja umjeravanja koja je prikazana na slici 20.



Slika 20. Krivulja umjeravanja za kadmij

3.1.3 Cr – krom

Za dobivanje krivulje umjeravanja koriste se razrijeđene otopine kroma, čija je priprema prikazana u tablici 6. Za pripravu otopina za analizu koriste se dvije pripravljene otopine standarda koje su smještene na dvije pozicije na samouzorkivaču. Na poziciji 1 se nalazi otopina čija je koncentracija 20 ppb, a na poziciji 2 se nalazi otopina koncentracije 60 ppb. Ove otopine se koriste za pripravu potrebnih otopina tako što se razrijede s odgovarajućim volumenom 0,2 % HNO_3 koja se nalazi na poziciji 121 na samouzorkivaču. U tablici 6 su prikazani volumeni kao i otopine koje se koriste za pripremu otopina za analizu.

Tablica 6: Otopine kroma

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand) / µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	5	1	5	15
Standard 2	10	1	10	10
Standard 3	30	2	10	10
Standard 4	60	2	20	0

Valna duljina koja se koristi za određivanje kadmija je 357,9 nm. Piroliza uzorka se odvija na 1500 °C, dok na 2300 °C atomizacija. Vrijeme atomizacije uzorka je 5 sekundi. Podatci potrebi za pripremu programa nalazie se na slici 21.

Element: Cr (Chromium)

Setup Data

Wavelength (nm) 357.9
Low Slit (nm) 0.7
Rollover (abs) 1.60
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 1500 Atomization .. 2300
Atomization Site ..... Pyro/Platform
Chemical Modifier: 0.015 mg Mg(NO3)2

Performance Checks

Characteristic Mass: Typical .. 7.0 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ..... 10 ug/L for 0.13 A-s

Slika 21. Preporučeni uvjeti za krom

Na slici 22. se nalazi prikaz programa peći za analizu kroma.

Furnace Program

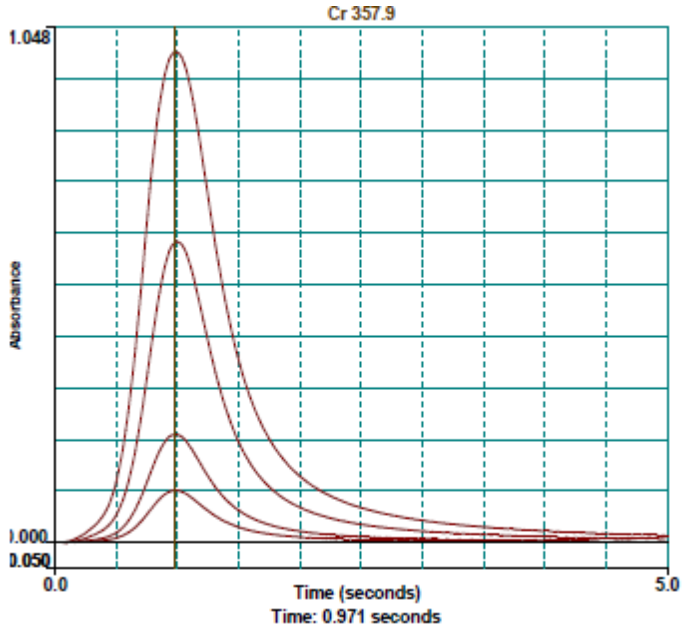
Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1500	10	20	250	Normal
4	2300	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 22. Program peći za krom

Analizom standardnih otopina kroma različite koncentracije dobiju se apsorbancije za svaku od otopina. Grafički prikaz odnosa apsorbancije o koncentraciji kroma u otopini prikazan je slikom 23, gdje se vidi da svaka od otopina u istom trenutku, odnosno nakon 0,971 sekunde ima najveću apsorbanciju za korištenu koncentraciju. Najveću vrijednost ima otopina standarda 4 čija je koncentracija 60 ppb i ona iznosi 0,99753. Vrijednosti za ostale otopine nalaze se u tablici 7.

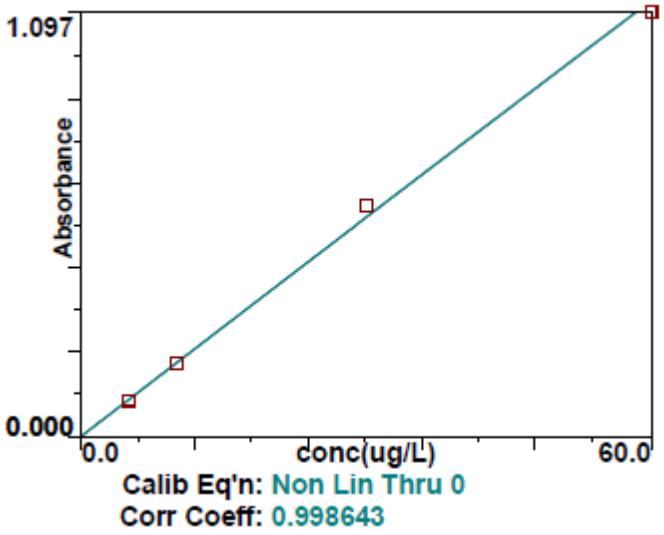


Slika 23. Apsorbancija za krom

Tablica 7: Vrijednosti apsorbancija za krom

	Apsorbancija
Standard 1 = 5 ppb	0,10597
Standard 2 = 10 ppb	0,21998
Standard 3 = 30 ppb	0,61072
Standard 4 = 60 ppb	0,99753

Koristeći se dobivenim podatcima konstruirana je krivulja umjeravanja što je prikazano na slici 24.



Slika 24. Krivulja umjeravanja za krom

3.1.4 Cu – bakar

Za analizu bakra potrebne su četiri otopine standarda koje uređaj pripravlja koristeći se pripravljenim otopinama koje se nalaze u samouzorkivaču. Na samouzorkivaču na poziciji 1 se nalazi otopina standarda koncentracije 50 ppb, a na poziciji 2 je otopina koncentracije 150 ppb. Uređaj uzima potrebne volumene navedenih otopina te ih razrjeđuje u odgovarajućem volumenu 0,2 % otopine HNO_3 koja se nalazi na poziciji 121. U tablici 8 su prikazani korišteni volumeni kao i otopine standarda za pripravu otopina za analizu.

Tablica 8: Otopine bakra

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand) / µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	12,5	1	5	15
Standard 2	25	1	10	10
Standard 3	75	2	10	10
Standard 4	150	2	20	0

Za analizu bara koristi se valna duljina od 324,8 nm. Piroliza bakra se odvija na 1200 °C, dok je atomizacija na 2000 °C. Preporučeno vrijeme atomizacije je 5 sekundi. Podaci za analizu bakra prikazani su na slici 25.

Element: Cu (Copper)

Setup Data

Wavelength (nm) 324.8
Low Slit (nm) 0.7
Rollover (abs) 0.70
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 1200 Atomization .. 2000
Atomization Site ..... Pyro/Platform
Chemical Modifier: 0.005 mg Pd + 0.003 mg Mg(NO3)2

Performance Checks

Characteristic Mass: Typical .. 17 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ..... 25 ug/L for 0.13 A-s

Slika 25. Preporučeni uvjeti za bakar

Program peći za bakar prikazuje slika 26.

Furnace Program

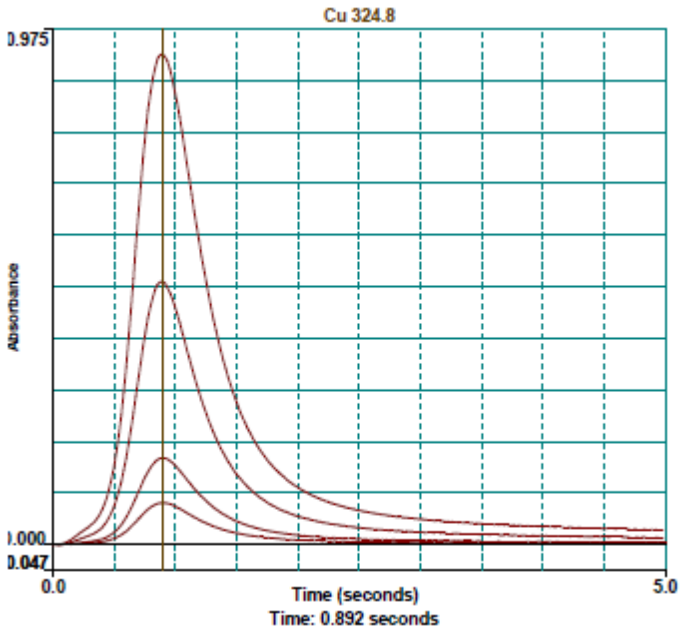
Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1200	10	20	250	Normal
4	2000	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 26. Program peći za bakar

Slika 27. prikazuju apsorbancije pripravljenih otopina bakra koje su dobivene analizom pomoću atomskog apsorpcijskog spektrometra. Iz podataka navedenih u tablici 9 kao i iz prikaza slike vidljivo je da najveću apsorbanciju ima standardna otopina u kojoj je ujedno i najveća koncentracija. Najveću apsorbanciju svaka od otopina postigla je u 0,892 sekundi, a njihove vrijednosti se nalaze u tablici 9.

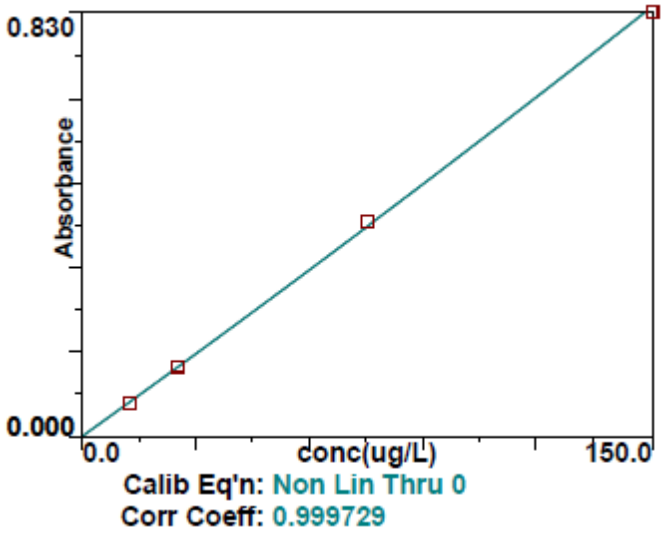


Slika 27. Apsorbancija za bakar

Tablica 9: Vrijednosti apsorbancija za bakar

	Apsorbancija
Standard 1 = 12,5 ppb	0,07926
Standard 2 = 25 ppb	0,16370
Standard 3 = 75 ppb	0,49703
Standard 4 = 150 ppb	0,92771

Obradom eksperimentalnih podataka konstruirana je krivulja umjeravanja za bakar koja je prikazana slikom 28.



Slika 28. Krivulja umjeravanja za bakar

3.1.5 Fe – željezo

Iz pripravljenih otopina standarda koje se postavljaju na samouzorkivač uređaj uzima potrebne volumene kako bi pripravio otopine standarda koje analizira. Na poziciji 1 nalazi se pripravljena otopina željeza koncentracije 40 ppb, dok je na poziciji 2 otopina željeza koncentracije 120 ppb. Uređaj uzima određeni volumen potrebne otopine te ga razrjeđuje u određenom volumenu 0,2 % otopine HNO_3 koja se nalazi na poziciji 121 na samouzorkivaču. Iz tablice 10 može se vidjeti koja otopina pripravljenog standarda se koristi, kao i koji volumeni odgovarajućeg standarda i HNO_3 kako bi se dobile otopine za analizu.

Tablica 10: Otopine željeza

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand) / µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	10	1	5	15
Standard 2	20	1	10	10
Standard 3	60	2	10	10
Standard 4	120	2	20	0

Slika 29. prikazuje uvijete za analizu željeza. Iz nje se može vidjeti da se za analizu željeza koristi valna duljina od 248,3 nm. Temperatura pirolize je 1400 °C, a temperatura na kojoj se događa atomizacija je 2100 °C. Vrijeme trajanja atomizacije je 3 sekunde.

Element: Fe (Iron)

Setup Data

```
Wavelength (nm) ............... 248.3
Low Slit (nm) ................. 0.2
Rollover (abs) ................ 0.80
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 1400     Atomization .. 2100
Atomization Site .............. Pyro/Platform
Chemical Modifier: 0.015 mg Mg(NO3)2
```

Performance Checks

```
Characteristic Mass: Typical .. 12 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ............. 20 ug/L for 0.15 A-s
```

Slika 29. Preporučeni uvjeti za željezo

Na slici 30. se nalazi program peći za analizu željeza.

Furnace Program

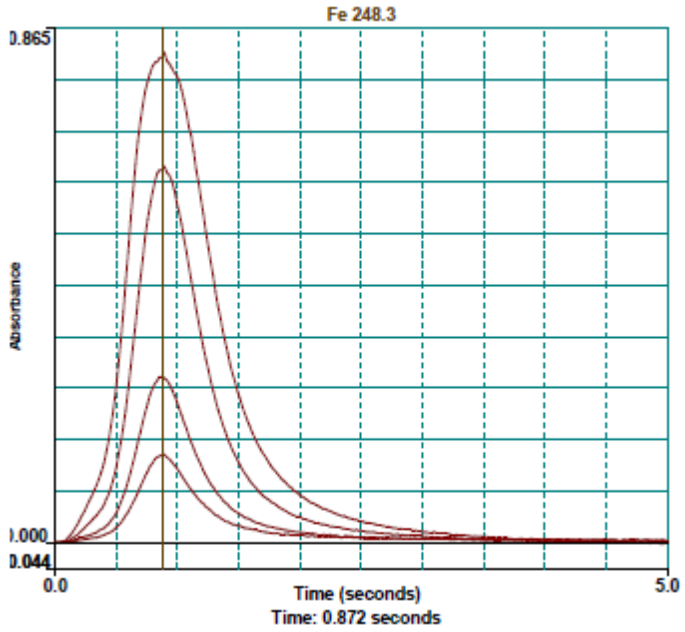
Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1400	10	20	250	Normal
4	2100	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 30. Program peći za željezo

Slika 31. prikazuje promjenu apsorbancije s vremenom za svaku od četiri korištene otopine standarda. Svaka od otopina doseže svoju maksimalnu vrijednost u vremenu od 0,872 sekunde. Vrijednosti apsorbancija se nalaze u tablici 11.

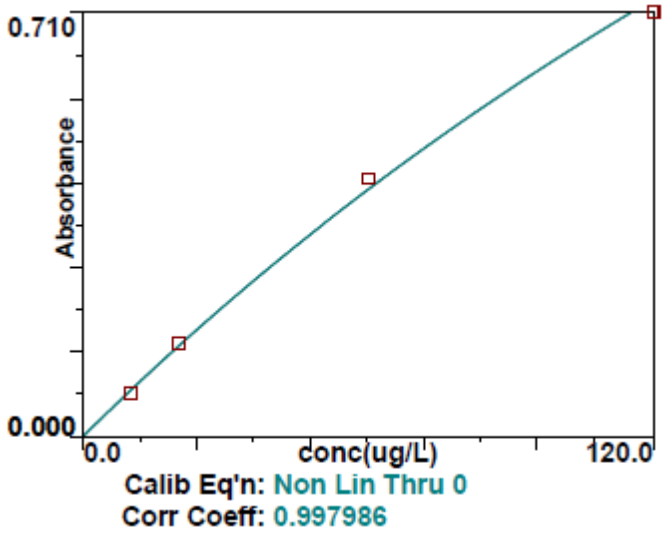


Slika 31. Apsorbancija za željezo

Tablica 11: Vrijednosti apsorbancija za željezo

	Apsorbancija
Standard 1 = 10 ppb	0,14699
Standard 2 = 20 ppb	0,27663
Standard 3 = 60 ppb	0,62953
Standard 4 = 120 ppb	0,82061

Iz podataka dobivenih analizom konstruirana je krivulja umjeravanja za željezo te je prikazana slikom 32.



Slika 32. Krivulja umjeravanja za željezo

3.1.6 Ni – nikal

Za analizu nikla pripravljene su standardne otopine čije su koncentracije 100 ppb i 300 ppb. Standardne otopine se postavljaju na samouzorkivač, na način da se otopina koncentracije 100 ppb se postavlja na poziciju 1, a otopina koncentracije 300 ppb se postavlja na poziciju 2. Uređaj navedene otopine koristi za pripravu otopina za analizu. U tablici 12 pozicija označava s koje pozicije na samouzorkivaču je uzet potrebni volumen koji je razrijeđen u zadanom volumeni 0,2 % HNO_3 koja se nalazi na poziciji 121 na samouzorkivaču.

Tablica 12: Otopine nikla

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand) / µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	25	1	5	15
Standard 2	50	1	10	10
Standard 3	150	2	10	10
Standard 4	300	2	20	0

Prilikom analize nikla valna duljina je 232,0 nm. Piroliza uzorka se vrši na 1100 °C, a atomizacija na 2300 °C u trajanju od 5 sekundi. Podaci su prikazani na slici 33.

Element: Ni (Nickel)

Setup Data

```
Wavelength (nm) ............... 232.0
Low Slit (nm) ................. 0.2
Rollover (abs) ................ 0.70
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 1100     Atomization .. 2300
Atomization Site .............. Pyro/Platform
Chemical Modifier:
```

Performance Checks

```
Characteristic Mass: Typical .. 20 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ............. 50 ug/L for 0.22 A-s
```

Slika 33. Preporučeni uvjeti za nikal

Prilikom rada s niklom potrebne su više temperature kod čišćenja, temperature oko 2500 °C.

Program peći koji se koristi za analizu nikla prikazan je na slici 34.

Furnace Program

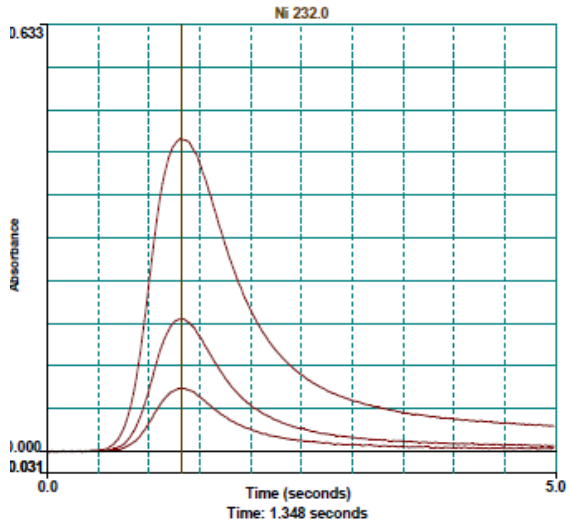
Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	1100	10	20	250	Normal
4	2300	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 34. Program peći za nikal

Pri različitim koncentracijama nikla u pripremljenim otopinama dobivene se različite vrijednosti apsorbancije za svaku od otopina u istom vremenu, što je vidljivo iz slike 35. Atomizacija se odvija u vremenu od 5 sekundi, ali maksimalna apsorbancija se postiže već pri 1,348 sekundi. Za svaki od otopina vrijednost apsorbancije se nalazi u tablici 13.

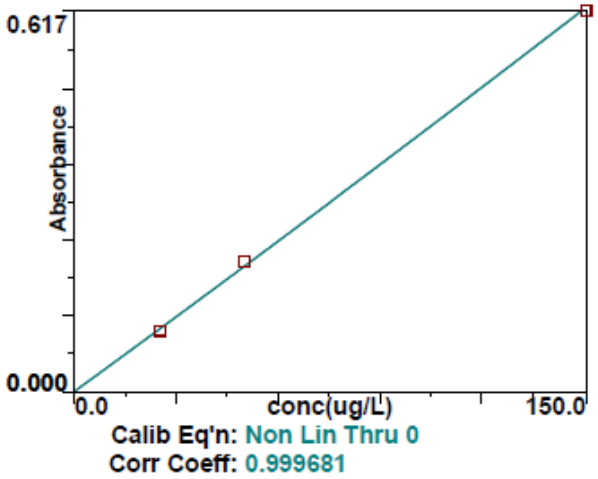


Slika 35. Apsorbancija za nikal

Tablica 13: Vrijednosti apsorbancija za nikal

	Apsorbancija
Standard 1 = 25 ppb	0,09318
Standard 2 = 50 ppb	0,19653
Standard 3 = 300 ppb	0,46366

Analizom otopina dobiju se podaci iz kojih je konstruira krivulja umjeravanja koja je prikazana slikom 36.



Slika 36. Krivulja umjeravanja za nikal

3.1.7 Pb – olovo

Iz pripravljenih otopina standarda koje se postavljaju na samouzorkivač uređaj uzima potrebne volumene kako bi pripravio otopine standarda koje analizira. Na poziciji 1 nalazi se pripravljena otopina olova koncentracije 100 ppb, dok je na poziciji 2 otopina olova koncentracije 300 ppb. Uređaj uzima određeni volumen potrebne otopine te ga razrjeđuje u potrebnom volumenu 0,2 % otopine HNO_3 koja se nalazi na poziciji 121 na samouzorkivaču. Iz tablice 14 može se vidjeti koja otopina pripravljenog standarda se koristi, kao i koji volumeni odgovarajućeg standarda i HNO_3 kako bi se dobile otopine za analizu.

Tablica 14: Otopine olova

	c(stand.) / ppb	Pozicija	*V*(stand) / µL	*V*(HNO_3) / µL
Blank	0	121	0	20
Standard 1	25	1	5	15
Standard 2	50	1	10	10
Standard 3	150	2	10	10
Standard 4	300	2	20	0

Prilikom analize valna duljina zračenja je 283,3 nm. Piroliza se odvija 850 °C, a atomizacija na 1600 °C. Korištens je bezelektrodna žarulja. Za olovo su mogući značajni problem s onečišćenjem. Slika 37. prikazuje podatke za olovo.

```
Element: Pb (Lead)

Setup Data
Wavelength (nm) ............... 283.3
Low Slit (nm) ................. 0.7
Rollover (abs) ................ 1.50
Temperatures (°C): Pyrolysis .. 850     Atomization .. 1600
Atomization Site .............. Pyro/Platform
Chemical Modifier: 0.050 mg NH4H2PO4 + 0.003 mg Mg(NO3)2

Performance Checks
Characteristic Mass: Typical .. 30 pg/0.0044 A-s
Sensitivity Check ............. 50 ug/L for 0.15 A-s
```

Slika 37. Preporučeni uvjeti za olovo

Program peći za analizu olova je prikazan na slici 38.

Furnace Program

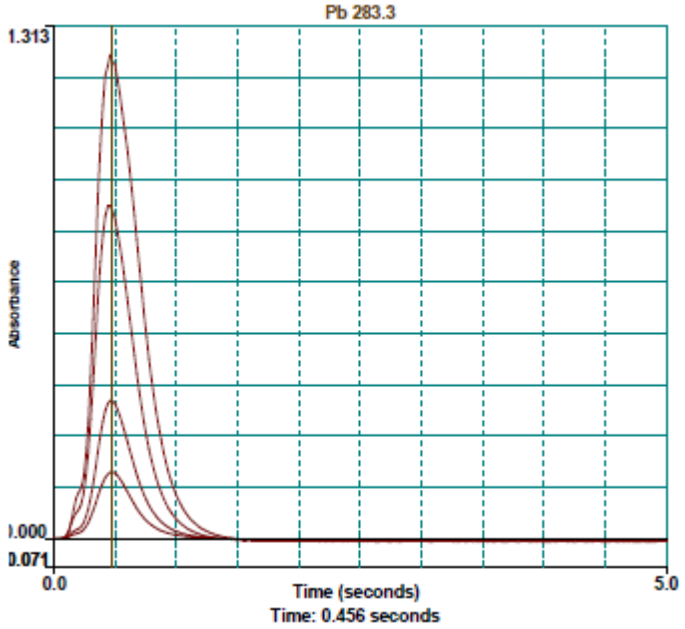
Step	Temp(°C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	Gas Type
1	110	1	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	850	10	20	250	Normal
4	1600	0	5	0	Normal
5	2450	1	3	250	Normal

Read Step : 4 Injection Temperature(°C) : 20

No extra furnace cleanout.

Slika 38. Program peći

Analizom svake od pripravljenih otopina dobije se specifična vrijednost apsorbancije. Iz slike 39. može se vidjeti kako svaka otopina svoju maksimalnu vrijednost postiže pri 0,456 sekundi, a u tablici 15 se nalaze vrijednosti apsorbancije.

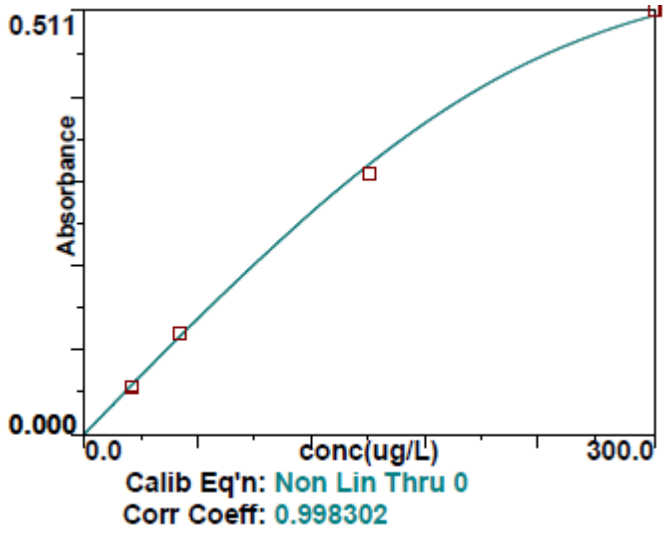


Slika 39. Apsorbancija za olovo

Tablica 15: Vrijednosti apsorbancija za olovo

	Apsorbancija
Standard 1 = 25 ppb	0,16991
Standard 2 = 50 ppb	0,35292
Standard 3 = 150 ppb	0,84540
Standard 4 = 300 ppb	1,22998

Obradom eksperimentalnih podataka konstruirana je krivulja umjeravanja koja je prikazana na slici 40.



Slika 40. Krivulja umjeravanja za olovo

4 ZAKLJUČAK

Atomska apsorpcijska spektroskopija je metoda koja se koristi za određivanje niskih koncentracija elemenata, poglavito metala u uzorku s vrlo visokom točnošću. Ovom metodom se može analizirati oko 70 različitih elemenata u različitom nizu uzoraka. Koristeći ovu metodu mogu se odrediti koncentracije metala i u području "dijelova na milijun" (ppm) kao i "dijelova na bilijun" (ppb) što ju čini vrlo osjetljivom. Zbog visoke osjetljivosti omogućava analizu elemenata u tragovima, analizu male količine uzoraka kao i razrijeđenih otopina. Metoda je vrlo selektivna jer se kao izvor zračenja koriste žarulje sa šupljom katodom koje u sebi sadrže određivani metal. Visoka selektivnost je omogućena upravo zbog toga što gotovo pa nema interferencija jer je zračenje karakteristično za svaki element. Ova metoda je često korištena jer se njome u vrlo kratkom vremenu može analizirati veliki broj uzoraka, karakterizira ju visoka preciznost i točnost. Kao nedostatak ove metode može se navesti se ne mogućnost simultane analize više metala, zato što se svaki metal atomizira na svojoj karakterističnoj temperaturi stoga se program peći postavlja točno za taj metal te se za svaki metal koristi žarulja sa šupljom katodom čija je katoda građena od tog metala kako bi emitirala potrebne valne duljine. Stoga se tek nakon završetka određivanja jednog metala ponovno postavljaju svi uvjeti potrebni za analizu drugog metala.

5 Literatura

1. D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler, Osnove analitičke kemije , Školska knjiga, Zagreb, 1999.
2. http://struna.ihjj.hr/naziv/spektroskopija/18580/#naziv (03.09.2019.)
3. http://struna.ihjj.hr/naziv/apsorpcijska-spektroskopija/8574/#naziv (03.09.2019.)
4. http://struna.ihjj.hr/naziv/emisijska-spektroskopija/18439/#naziv (03.10.2019.)
5. *E.Generalić,* https://www.periodni.com/gallery/preuzimanje_slike.php?name=spektar_elektromagnetskog_zracenja.png (27.08.2019.)
6. https://chem.libretexts.org/@api/deki/files/8477/transmittance.png?revision=1&size=bestfit&width=350&height=262 *(27.08.2019.)*
7. L. Kukoč, Spektrometrijske metode elementne analize, interna skripta, Split, 2003.
8. Nj. Radić, L. Kukoč Modun, F. Burčul, Interna skripta, Instrumentne metode analize, akademska godina 2017-18, preuzeto s https://www.ktf.unist.hr (20.05.2018.)
9. http://www.liskeard.cornwall.sch.uk/images/Liskeard-Sixth-Form/Atomic-Absorption-Spectrometry.pdf (26.09.2019.)
10. S. Luterotti, D. Bicanci. Odabrane teme iz bioanalitike, Zagreb, 2013.
11. PerkinElmer instruments, The THGA Graphite Furnace – Techniqes and Recomended Conditions, Ueberlingen, Federal Republic of Germany
12. https://repozitorij.pharma.unizg.hr/islandora/object/pharma:627/preview (21.09.2019.)
13. PerkinElmer instruments, Aanalyst 600 – Atomic Absorption Spectrometer, Ueberlingen, Federal Republic of Germany

6 Popis slika

Slika 1. Podjela spektra elektromagnetskog zračenja[7] 2
Slika 2. Prigušivanje snopa zračenja kao rezultat apsorpcije u otopini[8] 3
Slika 3. Metali koji se mogu određivati..... 6
Slika 4. Veza između emisije i apsorpcije 6
Slika 5. Shema atomskog apsorpcijskog spektrometra[16]..... 9
Slika 6. Shematski prikaz žarulje sa šupljom katodom[3]..... 10
Slika 7. Grafina peć i grafitna kiveta..... 12

Slika 8. Program grafitne peći [4] 13
Slika 9. Mjerni signal AAS, krivulja umjeravanja, temperatura 15
Slika 10. Lampe u uređaju 17
Slika 11. Podložak s uzorcima i uzorkivač 17
Slika 12: Dijelovi sustava za odvod plinova 22
Slika 13. Preporučeni uvjeti za aluminij 37
Slika 14. Program peći za aluminij 38
Slika 15. Apsorbancija aluminija 39
Slika 16. Krivulja umjeravanja za aluminij 39
Slika 17. Preporučeni uvjeti kadmij 40
Slika 18. Program peći za kadmij 41
Slika 19. Apsorbancija za kadmij 42
Slika 20. Krivulja umjeravanja za kadmij 43
Slika 21. Preporučeni uvjeti za krom 44
Slika 22. Program peći za krom 44
Slika 23. Apsorbancija za krom 45
Slika 24. Krivulja umjeravanja za krom 46
Slika 25. Preporučeni uvjeti za bakar 47
Slika 26. Program peći za bakar 47
Slika 27. Apsorbancija za bakar 48
Slika 28. Krivulja umjeravanja za bakar 49
Slika 29. Preporučeni uvjeti za željezo 50
Slika 30. Program peći za željezo 50
Slika 31. Apsorbancija za željezo 51
Slika 32. Krivulja umjeravanja za željezo 52
Slika 33. Preporučeni uvjeti za nikal 53
Slika 34. Program peći za nikal 53
Slika 35. Apsorbancija za nikal 54
Slika 36. Krivulja umjeravanja za nikal 54
Slika 37. Preporučeni uvijeti za olovo 55
Slika 38. Program peći 56
Slika 39. Apsorbancija za olovo 56
Slika 40. Krivulja umjeravanja za olovo 57

7 Popis tablica

Tablica 1: Popis postupaka održavanja uređaja 19
Tablica 2: Otopine Al 37
Tablica 3: Vrijednosti apsorbancije za aluminij 39
Tablica 4: Otopine kadmija 40

Tablica 5: Vrijednosti apsorbancija za kadmij 42
Tablica 6: Otopine kroma 43
Tablica 7: Vrijednosti apsorbancija za krom 45
Tablica 8: Otopine bakra 46
Tablica 9: Vrijednosti apsorbancija za bakar 48
Tablica 10: Otopine željeza 49
Tablica 11: Vrijednosti apsorbancija za željezo 51
Tablica 12: Otopine nikla 52
Tablica 13: Vrijednost apsorbancija za nikal 54
Tablica 14: Otopine olova 55
Tablica 15: Vrijednosti apsorbancija za olovo 57