

## Atomová spektroskopie

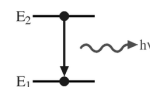


- AAS, AES

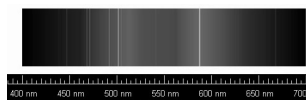
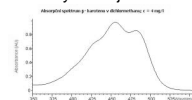
1

## Vznik atomového spektra

- Při interakci elektromagnetického záření o vhodné energii s atomy může dojít k *absorpci*.
- Naopak atomy v excitovaném stavu (např. po zahřátí na vysokou teplotu) mohou elektromagnetické záření *emitovat*.



- Při každém přechodu může atom absorbovat nebo emitovat pouze jeden foton, jehož energie odpovídá rozdílu energií stavů.
- Excitované molekuly emitují pásové spektrum, naproti tomu excitované atomy emitují čárové spektrum.



## Atomová Emisní Spektrometrie

- Prvky obsažené ve vzorku jsou nejprve atomizovány a excitovány.
- Při deexcitaci dochází k vyzáření elektromagnetického záření a vzniku čarového spektra.
- Intenzita spektrální čáry je úměrná obsahu prvku ve vzorku.

3

## Plamenová fotometrie

- Pro atomizaci a excitaci vzorku využívá plamen.
- Plamen musí mít vhodnou a stabilní teplotu.

Topný plyn	ve směsi se	
	vzduchem	kyslíkem
propan	1925	2800
butan	2100	2780
acetylen	2200	3050
dikyan	2330	4550

- Vzorek musí být před vstupem do plamene zmlžěn, aby mohlo dojít k odpaření rozpouštědla. Používají se převážně pneumatické zmlžovače (rozprašovače).
- Metoda vhodná především pro určování nízkých koncentrací alkalických kovů a kovů alkalických zemin (Li, Na, K, Ca, Mg).
- <http://www.youtube.com/watch?v=6HmvPGp85oE>

4

## ICP-AES, ICP-OES

- Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy
- Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy
- Jako budící zdroj se využívá indukčně vázaného plazmatu.
- Metoda umožňuje stanovení mnoha prvků – všechny kovy, fosfor, síra, ...
- Nižší detekční limity než plamenová fotometrie.
- Vyšší provozní náklady.
- <http://youtu.be/3LpPJ74koBg>

5

## Plazma

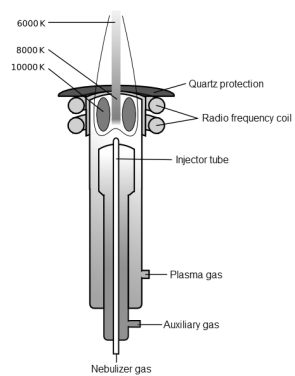
- Nejrozšířenější forma látky ve vesmíru (až 99 %).
- Ionizovaný plyn složený z iontů, elektronů a neutrálních částic.
- Vysokoteplotní plazma – hvězdy.
- Nízkoteplotní plazma – výbojky, zářivky, elektrický oblouk.



6

## Indukčně vázané plazma

- Vzniká v argonu proudícím plazmovou trubicí.
- K zážehu se využívá jiskrového výboje, plazma je udržováno indukční cívkou pomocí vysokofrekvenční energie (1-2 kW).
- Teplota v plazmovém výboji je 3500-10 000 K.
- <http://youtu.be/prqI9tY64zk>



<http://commons.wikimedia.org/wiki/File:ICP-Brennerduese-en.png>

## ICP-AES, ICP-OES

- Rostok vzorku je zmlžen a v plazmatu atomizován a excitován.
- Při deexcitaci vzniká záření, jehož energie je určena energetickým rozdílem hladin přechodu.
- Záření je vedeno na monochromátor – zařízení, které ze svazku záření vybírá jen velmi úzkou oblast spektra.
- Dále dopadá záření na polovodičový detektor, který intenzitu dopadajícího záření převede na elektrický signál.
- Identifikace prvků probíhá na základě vlnové délky spektrálních čar.



8

## ICP-AES, ICP-OES

- Využití metody
  - stanovení kovů v biologických vzorcích
  - kontrola životního prostředí
  - průmyslové aplikace
  - analýza geologických vzorků
- Limity metody
  - spektrální interference – překryv spektrálních čar
  - nespektrální interference – tvorba nerozpustných solí (sorpcce na stěny nádoby), rozdílná viskozita vzorky a roztoků standardů

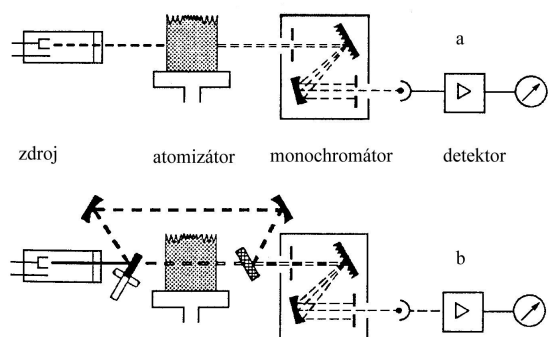
9

## Atomová Absorpční Spektrometrie

- Principem metody je absorpce záření volnými atomy v plynném stavu.
- Čím větší množství vzorku je v měřeném prostoru, tím dojde k větší absorpci záření.
- Vzorek je nutné před analýzou atomizovat.
- Absorpční spektrofotometr:
  - Zdroj monochromatického záření
  - Absorpční prostředí
  - Monochromátor
  - Detektor
- [http://youtu.be/HBegTB\\_WDxQ](http://youtu.be/HBegTB_WDxQ)

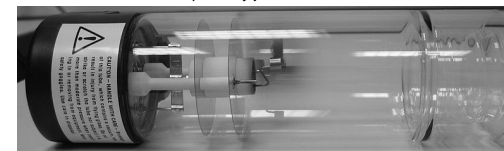
10

## Atomová Absorpční Spektrometrie



## Atomová Absorpční Spektrometrie

- Zdroje záření
  - Výbojka s dutou katodou – katoda obsahuje kov, který je stanovován.
  - Bezelektrodová výbojka – křemenná baňka napplněná inertním plynem se stopami soli stanovovaného kovu. Výboje se dosahuje působením VF elektrického pole.
  - Xenonová nebo deuteriová výbojka – poskytují kontinuální spektrum, což umožňuje stanovení všech prvků, vyžaduje detektor a monochromátor podobný jako u AES.



12

## Atomová Absorpční Spektrometrie

- Atomizace vzorku
  - Plamen – nejčastěji se využívají dvě kombinace plynů – acetylen se vzduchem (2 300 °C) nebo acetylen s oxidem dusným (3 000 °C). Druhá kombinace se využívá pro prvky, které snadno tvoří stabilní oxidy, např. hliník nebo zirkonium.
  - Elektrotermický atomizátor – vyšší citlivost oproti plameni. Jde o grafitovou trubičku (5x30-50 mm), ve které dochází k atomizaci vzorku. Ohřev je zabezpečen elektrickým vyhříváním (nízké napětí, vysoký proud) nebo mikrovlnným ohřevem a vnější i vnitřní okolí grafitu je omýváno proudem argonu, který chrání grafit před oxidací a odnáší pyrolyzované zbytky vzorku.

13

## Lambert-Bewerův zákon

- Závislost absorpce světla na koncentraci vzorku je dána Lambert-Beerovým zákonem.
- Absorpce záření roste s délkou absorpčního prostoru a koncentrací vzorku.
- Absorpce je přímo úměrná absorpčnímu koeficientu, který charakterizuje daný systém při vlnové délce použitého záření.

$$A = \epsilon c l$$

- A – absorbance
- $\epsilon$  – molární absorpční koeficient
- c – koncentrace vzorku
- l – délka absorpčního prostoru

14

## Literatura

- <http://cs.wikipedia.org>
- <http://en.wikipedia.org>
- <http://www.hpst.cz/instrumentace/atomova-spektroskopie>

15