KARAKTERIZACIJA MATERIJALA
1. DIO

Prof. dr. sc. Danijela Ašperger

Zavod za analitičku kemiju

Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije

Sveučilišta u Zagrebu

akademska godina 2025./2026.

Karakterizacija materijala, 2025./2026. – raspored nastave

Predavanja: Srijeda, 10-12 h, Klub nastavnika

Vježbe: srijeda 14-17 h, petak 13-16 h

I. grupa **II. grupa**

Predavanja	Nastavnik	Termini vježbi
25.2.2026.	prof. dr. sc. Ašperger	25.2., 27.2.
4.3.2026.	prof. dr. sc.Ašperger	4.3., 6.3.
11.3.2026.	prof. dr. sc. Ašperger	11.3., 13.3.
18.3.2026.	izv. prof. dr. sc. Rogina	18.3., 20.3.
25.3.2026.	izv. prof. dr. sc. Rogina	25.3., 27.3.
Tjedan 30.3. – 3.4. *Potrebno je pronaći predavaonicu*	1. kolokvij	
1.4.2026.	izv. prof. dr. sc. Katančić	1.4., ~~3.4.~~ (Veliki petak)
8.4.2026.	izv. prof. dr. sc. Katančić	8.4., 10.4.
15.4.2026.	izv. prof. dr. sc. Katančić	15.4., 17.4.
22.4.2026.	prof. dr. sc. Govorčin Bajsić	22.4., 24.4.
29.4.2026.	prof. dr. sc. Govorčin Bajsić	29.4., ~~1.5.~~ (Praznik rada)
6.5.2026.	prof. dr. sc. Govorčin Bajsić	6.5., 8.5.
Tjedan 11.5. – 15.5. *Potrebno je pronaći predavaonicu*	2. kolokvij	
13.5.2026.	prof. dr. sc. Leskovac	13.5., 15.5.
20.5.2026.	prof. dr. sc. Leskovac	20.5., 22.5.
27.5.2026.	prof. dr. sc. Leskovac	27.5., 29.5.
3.6.2026.	3. kolokvij	

Praznici:

5.4. Uskrs
6.4. Uskršnji ponedjeljak
1.5. Praznik rada
30.5. Dan državnosti
4.6. Tijelovo

IZVOĐENJE NASTAVE NA ZAVODU ZA ANALITIČKU KEMIJU

- Predavanja
- (Σ6 sati)



- Laboratorijske vježbe
- (Modularno)







OBVEZE STUDENATA ZA CJELOKUPNI KOLEGIJ

- Testovi
- Kolokvij iz vježbi
- Referati iz vježbi
- Prisutnost na nastavi



Podjela studenata po grupama iz vježbi Karakterizacija materijala na Zavodu za analitičku kemiju

I. GRUPA SRIJEDOM OD 14 DO 17 SATI

Rbr.	Ime	Prezime
1.	Marta	Barešić
2.	Vanesa	Bursać
3.	Martina	Cerovečki
4.	Eli	Dragoslavić
5.	Filip	Gašparović
6.	Jana	Grkovska
7.	Barbara	Grozdanić
8.	Luka	Hrastinski
9.	Patrik	Humski
10.	Barbara	Jezerčić

II. GRUPA PETKOM OD 13 DO 16 SATI

Rbr.	Ime	Prezime
11.	Ružica	Marković
12.	Dora	Martinuš
13.	Laura	Mićanović
14.	Martina	Pahljina
15.	Korina	Samac
16.	Nika	Šajković
17.	Leonarda	Šantić
18.	Jura	Šurbat
19.	Tea	Tolić
20.	Tia	Turak

1. termin 25.2.2026. – **I. grupa** od 14.00 do 17.00 sati
2. termin 27.2.2026. – **II. grupa** od 13.00 do 16.00 sati
3. termin 4.3.2026. – **I. grupa** od 14.00 do 17.00 sati
4. termin 6.3.2026. – **II. grupa** od 13.00 do 16.00 sati

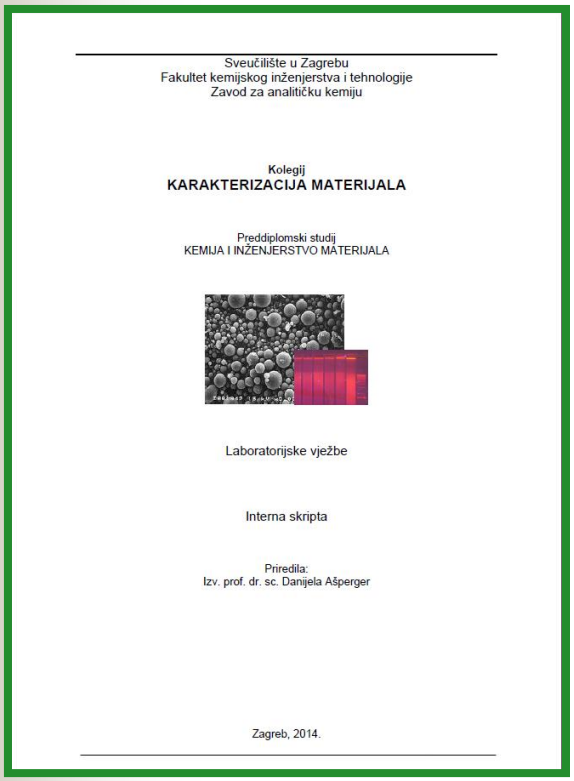


KOLOKVIJ IZ LABORATORIJSKIH VJEŽBI PIŠE SE 13.3.2026. U 13.00 SATI NA ZAVODU ZA ANALITIČKU KEMIJU!

SVIH 5 REFERATA IZ LABORATORIJSKIH VJEŽBI MORA BITI PREDANO DO 3.4.2026.!!!

REFERATI SE OSTAVLJAJU U KUTIJU ISPRED UREDA PROFESORICE AŠPERGER NA ZAVODU ZA ANALITIČKU KEMIJU!!!

Predložak za pisanje referata iz laboratorijskih vježbi na Zavodu za analitičku kemiju!



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije
Zavod za analitičku kemiju

Kolegij
KARAKTERIZACIJA MATERIJALA

Preddiplomski studij
KEMIJA I INŽENJERSTVO MATERIJALA

Laboratorijske vježbe

Interna skripta

Priredila:
Izv. prof. dr. sc. Danijela Ašperger

Zagreb, 2014.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije

ZAVOD ZA ANALITIČKU KEMIJU
Zagreb, Marulićev trg 20

FKITMCMXIX

6

Akademska godina: 2023./2024.

Vježba broj: _____

KARAKTERIZACIJA MATERIJALA
Laboratorijski izvještaj

Naslov vježbe: _____

Ime i prezime: _____ Grupa: _____

Referat predan dana: _____

Imena ostalih studenata u grupi: _____

Potpis: _____

(ne ispunjavati ispod crte)

Referat pregledala/o: _____ datum: _____

Ocjena referata: _____

Bodovna lista:

_____ / (3)	Sažetak
_____ / (3)	Rezultati
_____ / (1)	Literatura
_____ / (1)	Opći dojam (stil, urednost)
_____ / (8)	**Ukupno**

OCJENJIVANJE STUDENTSKOG RADA

1) KOLOKVIJI

1. kolokvij: Ašperger+Rogina
2. kolokvij: Katančić+Govorčin Bajsić
3. kolokvij: Leskovac

Za prolaz svakog kolokvija potrebno je imati 60% bodova

Svaki nastavnik daje 5 pitanja za kolokvij, svako pitanje nosi 2 boda
1. kolokvij nosi 20 bodova (10 Ašperger + 10 Rogina), 12 za prolaz
2. kolokvij nosi 20 bodova (10 Katančić + 10 Govorčin Bajsić), 12 za prolaz
3. kolokvij nosi 10 bodova (10 Leskovac), 6 za prolaz

Nije nužno da kod svakog nastavnika ima 60%

Ukupni bodovi iz kolokvija

Na 3 kolokvija student može skupiti **ukupno 50 bodova**, za prolaz mora imati 30 bodova (60 %).

Može se ponovo pisati samo 1 kolokvij – u slučaju pada/nedolaska ili za višu ocjenu.

U tom slučaju piše se ponovo cijeli kolokvij. Ne može pisati samo dio Ašperger ili samo dio Govorčin Bajsić. Mora pisati Ašperger+Rogina dio, odnosno Katančić+Govorčin Bajsić . U slučaju da se piše za višu ocjenu student dobiva bodove s tog popravnog kolokvija**, ne priznaju se stari bodovi**; ako padne ide se na ispit.

2) ISPIT

Svatko daje 2 pitanja, svako pitanje nosi 5 bodova. Ukupno je maksimalno 50 bodova, 30 bodova je potrebno za prolaz.

3) VJEŽBE

Vježbe nose **ukupno 45 bodova** i to na sljedeći način: Ašperger 10, Rogina 5, Katančić 10, Govorčin Bajsić 10, Leskovac 10.

4) PRISUTNOST

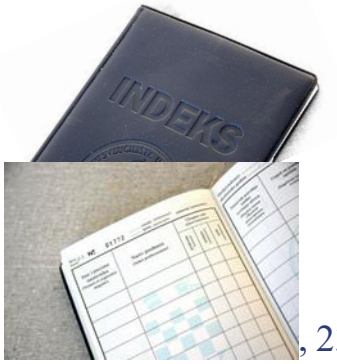
Prisutnost se boduje na sljedeći način:
14 predavanja je ukupno
13,14 predavanja – 5 bodova
12 predavanja – 4 boda
11 predavanja – 3 boda
10 predavanja – 2 boda
9 predavanja – 1 bod

Tko je bio na manje od 9 predavanja nema pravo pristupiti ispitu.

Ukupno:

% (bod)	Ocjena
60-70% (60-70)	2
71-80% (71-80)	3
81-90% (81-90)	4
91-100% (91-100)	5

Za konačnu ocjenu iz kolegija općenito studenti su dužni završiti sve vježbe, predati referate/seminare te položiti parcijalne kolokvije.



, 23. veljače 2026.







Preporučena literatura

1. D. Maljković, *Spektrometrija*, Tehnička enciklopedija, Sv. 12, Leksikografski Zavod "Miroslav Krleža", Zagreb 1992., str. 150-178.

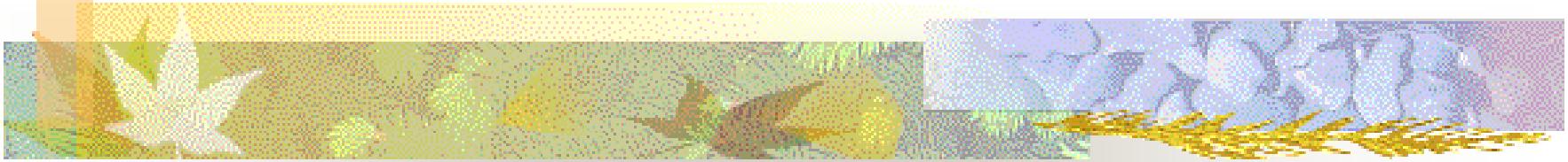
2. I. Piljac, *Elektroanalitičke metode*, RMC, Zagreb 1995.

3. M. Kaštelan-Macan, *Kemijska analiza u sustavu kvalitete*, Školska knjiga, Zagreb 2003.

4. D. Skoog, D. A. West, F. J. Holler, *Osnove analitičke kemije*, Školska knjiga, Zagreb 1999.

1. PREDAVANJE

Odabir i procjena metode određivanja, uzorkovanje, priprava uzoraka i detekcija

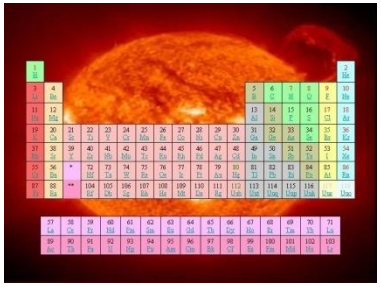


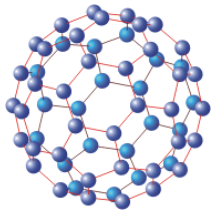
„ANALITIČKA KEMIJA JE ONO ŠTO ANALITIČKI KEMIČARI RADE”

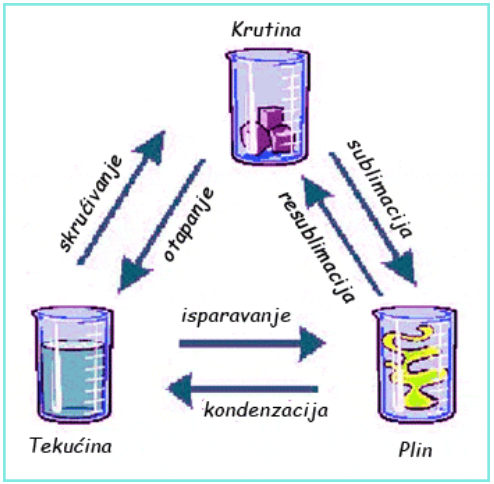
Analytical Chemistry, **66** (13), 1994.

Analitička kemija je znanstvena disciplina koja se bavi istraživanjem:

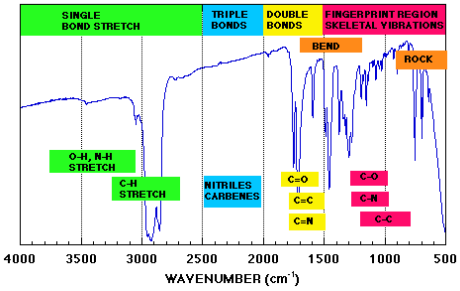
- sastava



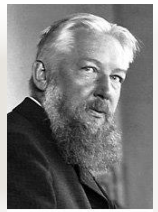




- strukture



- stanja energije uzorka u prostoru i vremenu


Wilhelm Ostwald
(1853-1932)

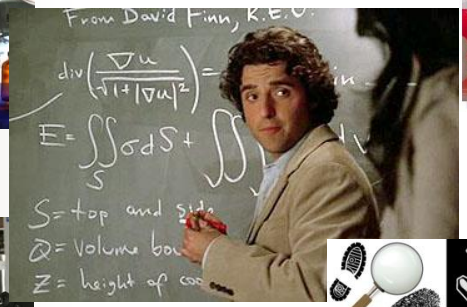
ZNANSTVENE TEMELJE ODREDIO-Wilhem Ostwald

MULTIDISCIPLINARNA ZNANOST –ujedinjuje kemiju, fiziku, tehnička područja, matematiku, teorija vjerojatnosti, matematičku statistiku, teoriju sustava, informacijsku teoriju i teoriju mjerenja





















PRIMJENA

Zaštita okoliša

Klinička analiza

Ispitivanju materijala

Osiguravanju kvalitete

I dr.

Klasifikacija analitičkih metoda

Klasične metode

- gravimetrija
- titrimetrija (volumetrija)

Instrumentalne metode

- spektrometrijske
- elektroanalitičke
- instrumentalne separacijske
  - toplinske
  - radiokemijske
  - ostale

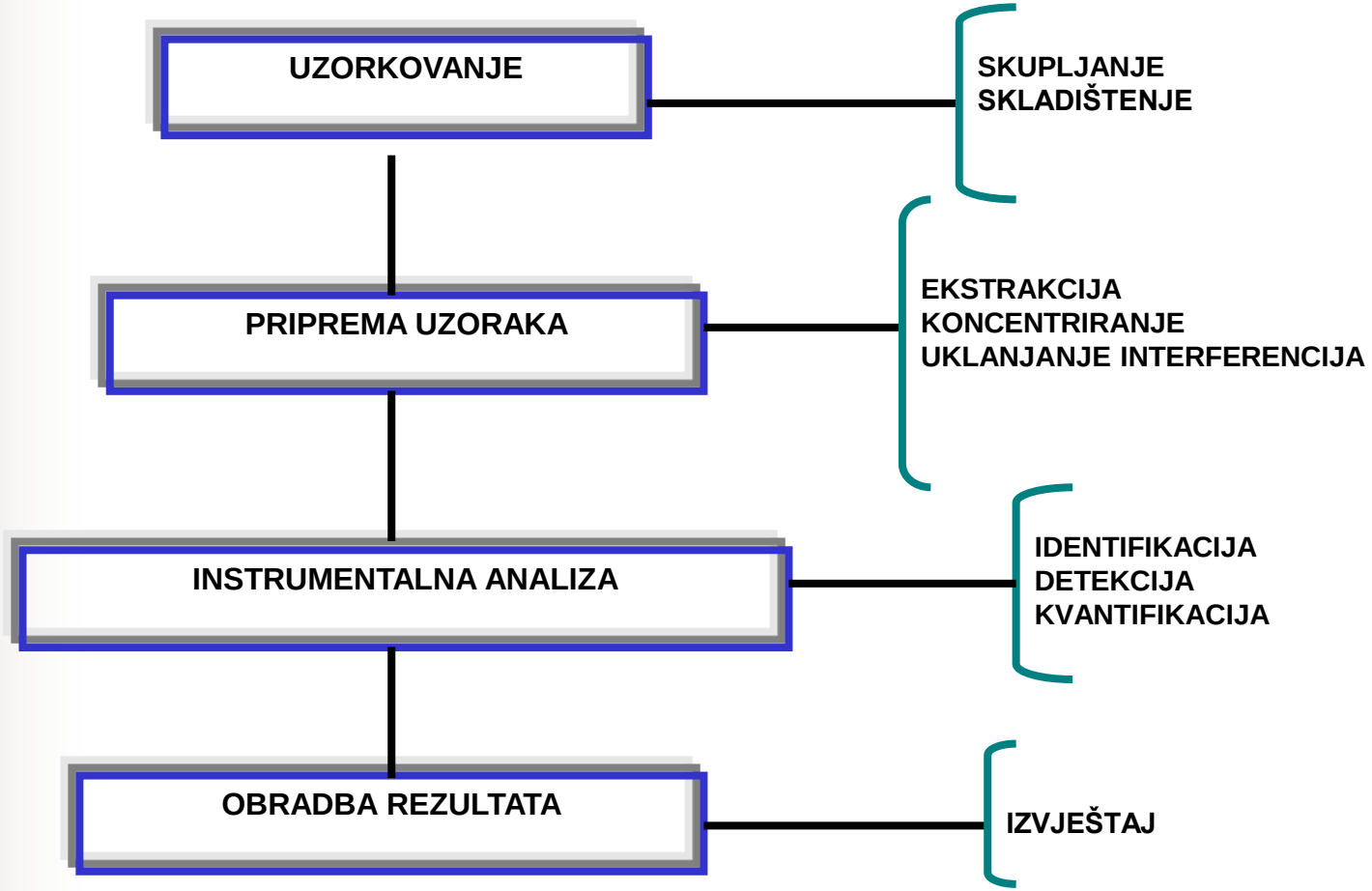
- Metode u kemijskoj analizi mogu biti:

-APSOLUTNE-temelje se na stehiometrijskom odnosu i kemijskoj reakciji

$$aA + bR \rightleftharpoons A_aB_b$$

-USPOREDBENE-koncentracija analita se uspoređuje s poznatom koncentracijom standarda

Koraci u analitičkom postupku su:



Uzorkovanje (izvori pogrešaka)

- onečišćenje primjenjenih alata i posuđa
- vrijeme i učestalost uzorkovanja
- reprezentativnost uzorka
- relevantni broj i količina uzorka
- čuvanje uzoraka

Priprema uzoraka

- analiza uzoraka bez pripreme uzorka
- djelomično i kompletno raščinjavanje (dekompozicija)
- otapanje uzorka ili ekstrakcija analita
- koncentriranje uzorka (niska koncentracija analita)

Metode raščinjavanja uzoraka

Mokro raščinjavanje (otvoreni sustavi)

- kiselo raščinjavanje, mineralne kiseline (HNO_3, H_2SO_4, $HClO_3$, $HClO_4$, HCl, HF, zlatotopka-*aqua regia*)
- mikrovalno raščinjavanje (teflonske bombe)
- UV oksidacija
- ultrazvučno raščinjavanje

Metode raščinjavanja uzoraka

Mokro i suho raščinjavanje (zatvoreni sustavi)

- klasično zagrijavanje
- raščinjavanje u struji kisika
- taljenje
- dinamički sustavi

Odabir analitičke metode

Definiranje problema:

1. Koja točnost i preciznost se traži?
2. Koliko uzorka je na raspolaganju?
3. Koji je raspon koncentracije analita u uzorcima?
4. Koje komponente uzorka će uzrokovati smetnje?
5. Kakva su fizička i kemijska svojstva matice?
6. Koliko uzoraka je potrebno analizirati?

Ostale karakteristike koje treba uzeti u obzir pri izboru

1. brzina
2. jednostavnost i prikladnost
3. troškovi i instrumentarij na raspolaganju
4. troškovi po jednom uzorku

Pri odabiru metode postoje četiri mogućnosti:

- izabrati standardiziranu metodu
- modificirati postojeću standardiziranu metodu
- uporabiti nestandardiziranu metodu objavljenu u znanstvenoj literaturi
- razviti novu metodu za određenu svrhu

- Bez obzira na to je li riječ o apsolutnim ili usporedbenim metodama, one moraju rezultirati pouzdanom informacijom o prirodi i sastavu analiziranog materijala.
- Ako postojeći mjerni postupak ne odgovara zahtjevima, treba optimizirati one njegove korake koji pridonose korisnosti informacije.
- To se osobito odnosi na planiranje eksperimenta, osiguravanje optimalnih radnih uvjeta, obradbu signala radi boljeg razlučivanja i smanjenja udjela šuma te kemometrijsku obradbu podataka.
- Konačno, ANALITIČAR ne izabire metodu prema instrumentu koji je na raspolaganju nego će odabrati metodu koja je optimalna s obzirom na prethodnu informaciju o uzorku i analitu.

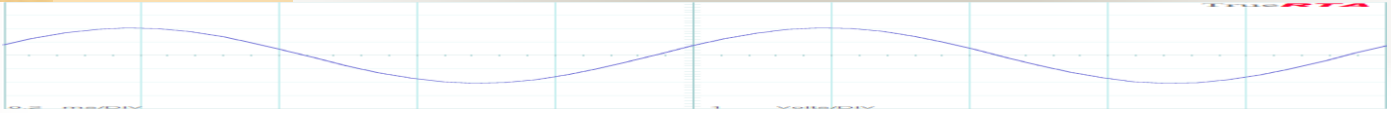
Područje primjene analitičkih metoda

- ograničavajući čimbenik pri izboru optimalne analitičke metode jest količina uzorka pogodnog za analizu i očekivani koncentracijski raspon analiziranog materijala
- IUPAC definira tri vrijednosti: raspon mase uzorka *S*, koja je jednaka zbroju mase analita m_x i mase u matici m_y:

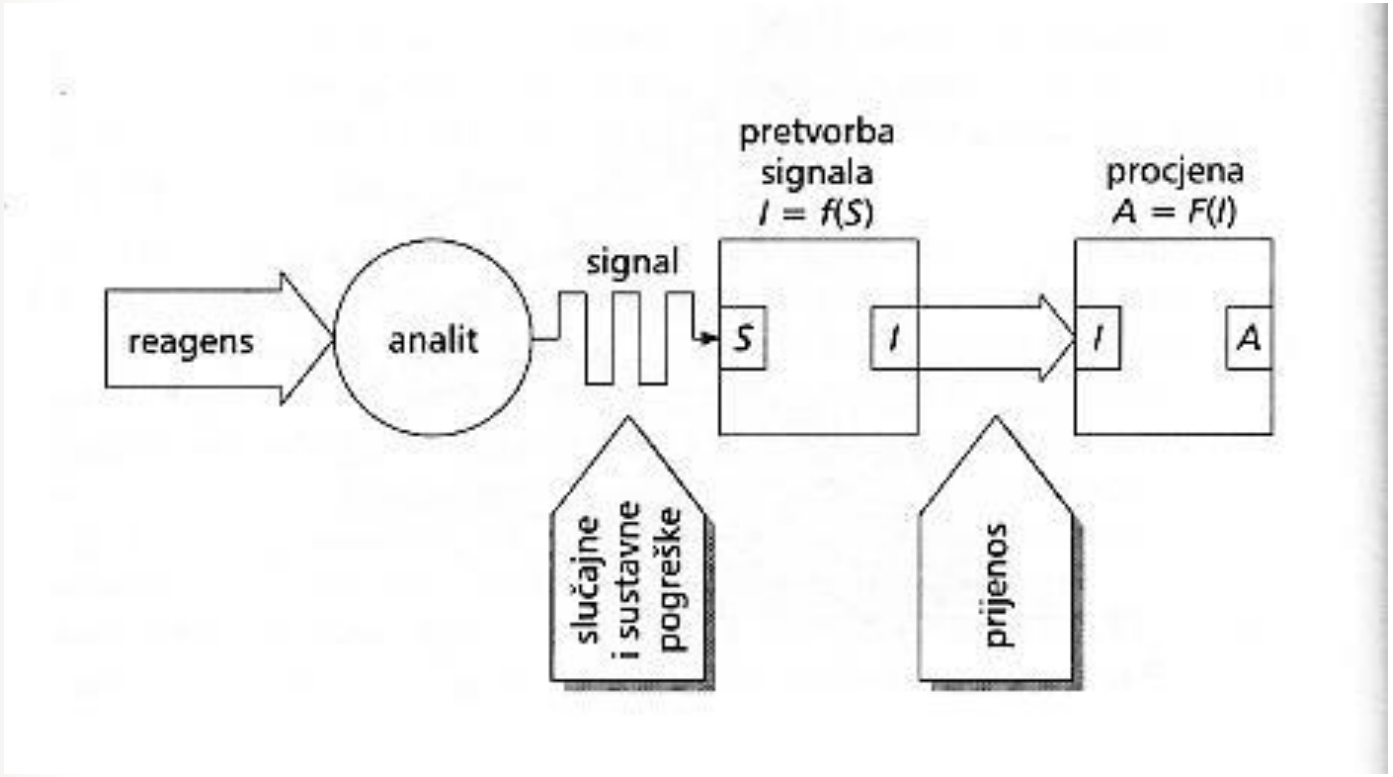
$$S = m_x + m_y$$

- ovisno o masi uzorka govorimo o makroanalizi, mezoanalizi ili semimikroanalizi, mikroanalizi, submikroanalizi i ultramikroanalizi
- ovisno o udjelu analita u uzorku, govorimo o glavnom sastojku (100-10%), o minornom sastojku (10-0,1%) i o tragovima (<0,1%)
- tragovi se dijele na *mikro*, *nano* i *piko* količinu

Analitički signal



-od analita do informacije-



-šum-poremećaj signala prouzročen vanjskim pojavama-

Za prevođenje analitičkog signala u analitičku informaciju analitički signal mora imati 4 funkcije:

- SINTAKTIČKU-kojom se slijed signala povezuje međusobno ili s nekom fizikalno-kemijskom zakonitošću
- SEMANTIČKU-koja analitičaru pokazuje odnos između signala i ispitivane tvari
- PRAGMATIČNU-koja daje relativan odnos između signala i osobe koja ga tumači
- DENOTACIJSKU-koja omogućuje da se iz signala dobije odgovarajući informacijski sadržaj

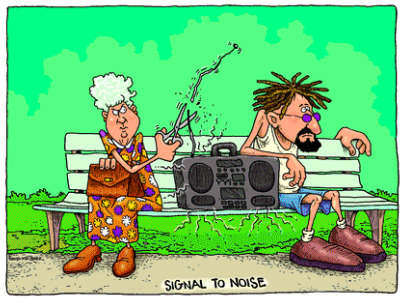
SIGNAL MOŽE BITI:

-statičan i dinamičan

-jednodimenzionalan ili dvodimenzionalan

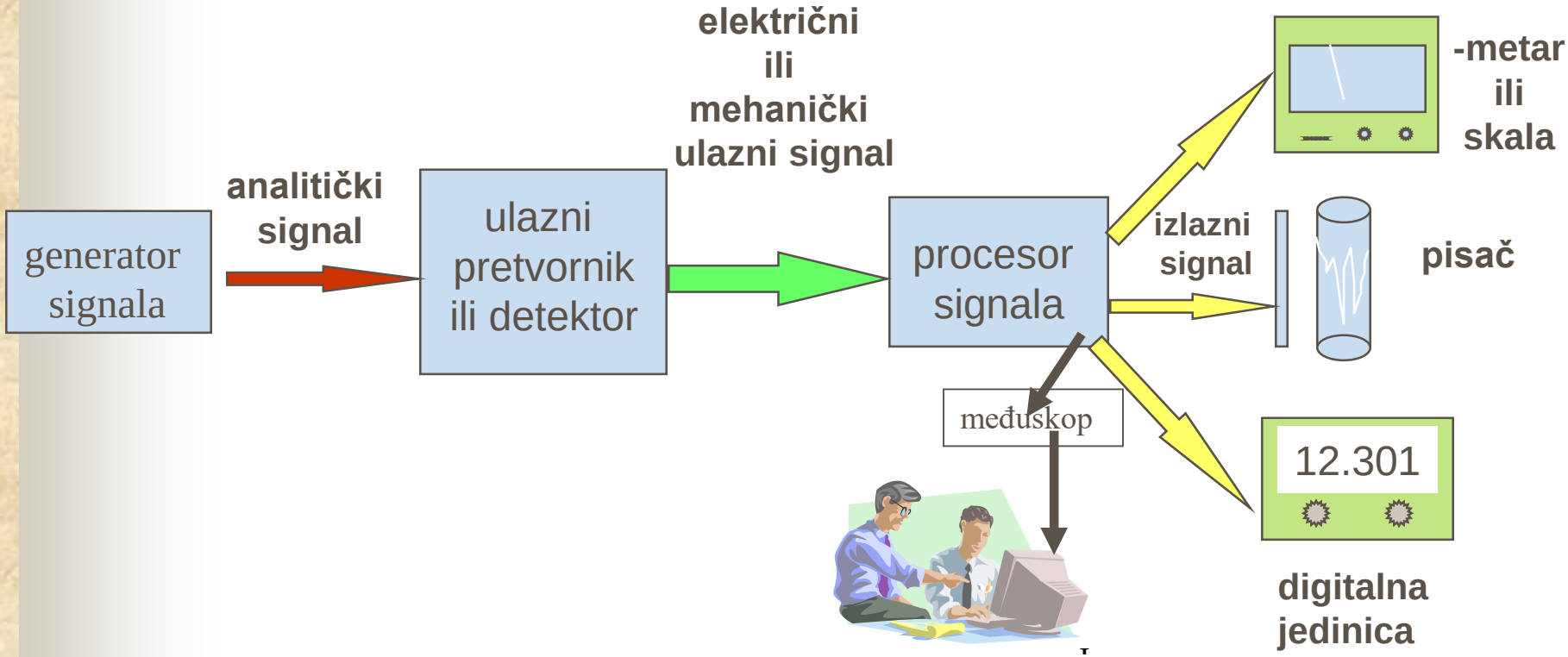
-determinirani ili stokastični ili determinirani i stokastični

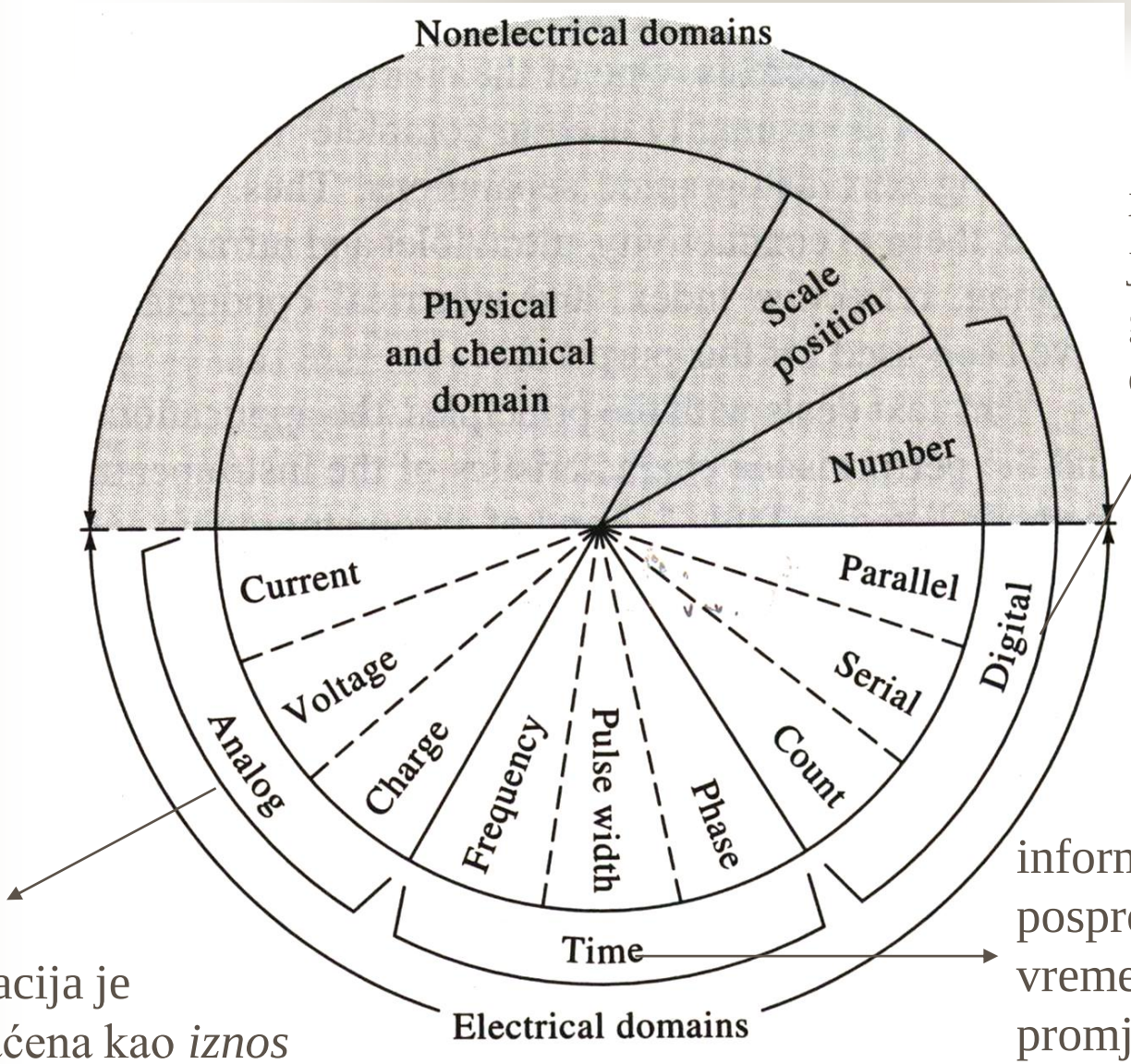
-jednovarijantni i multivarijantni



Izvor energije	Signal pobude	uzorak	Signal odziva	Detektor
	zračenje čestica (elektrona, iona)		zračenje nakon interakcije	
	elektromagnetsko zračenje			
	toplinska energija		promjena uzorka	
	kemijska reakcija			
	električna energija			

Dijelovi tipičnog instrumenta

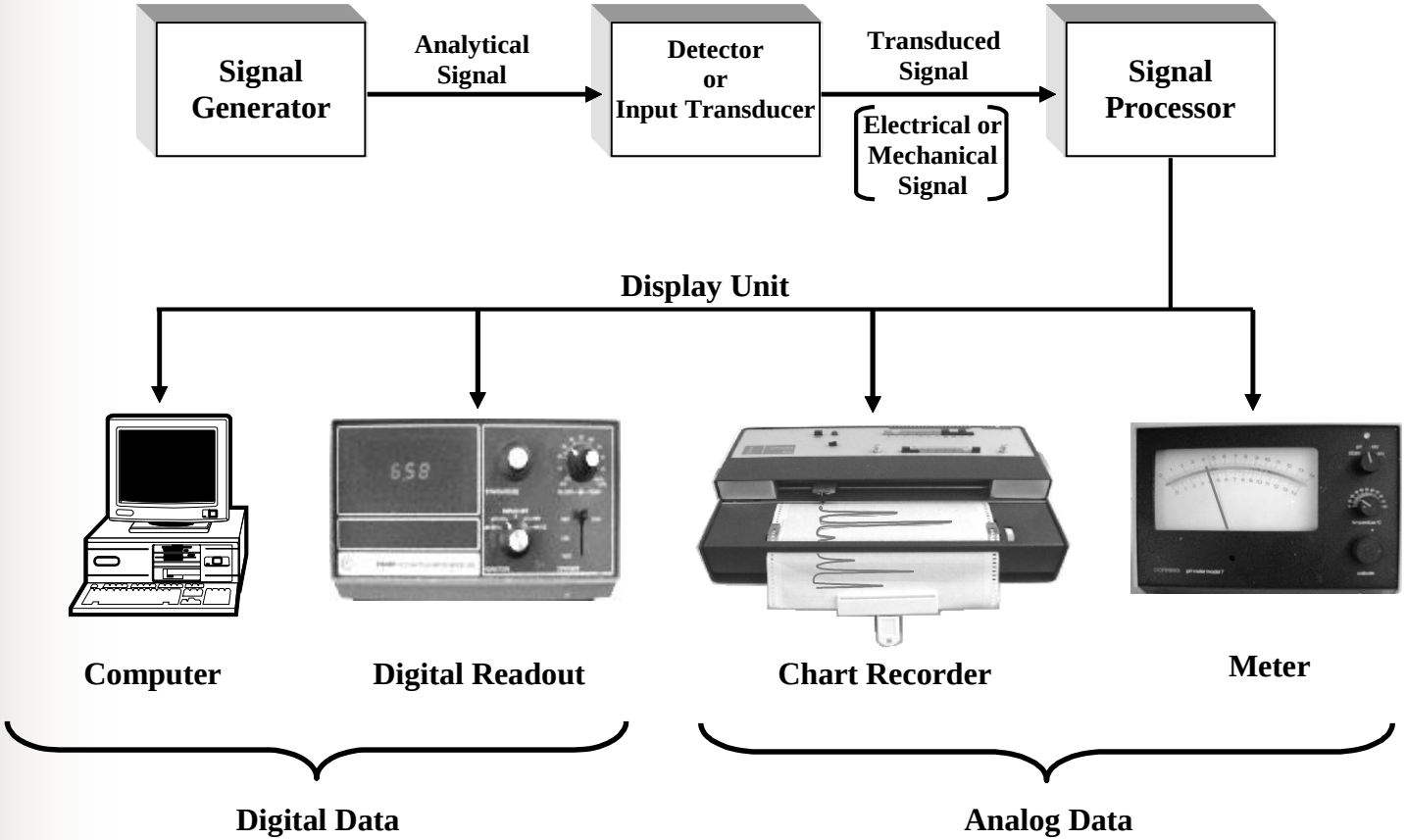




informacija je u jednom od gornja dva oblika

informacija je obuhvaćena kao *iznos* neke električne veličine

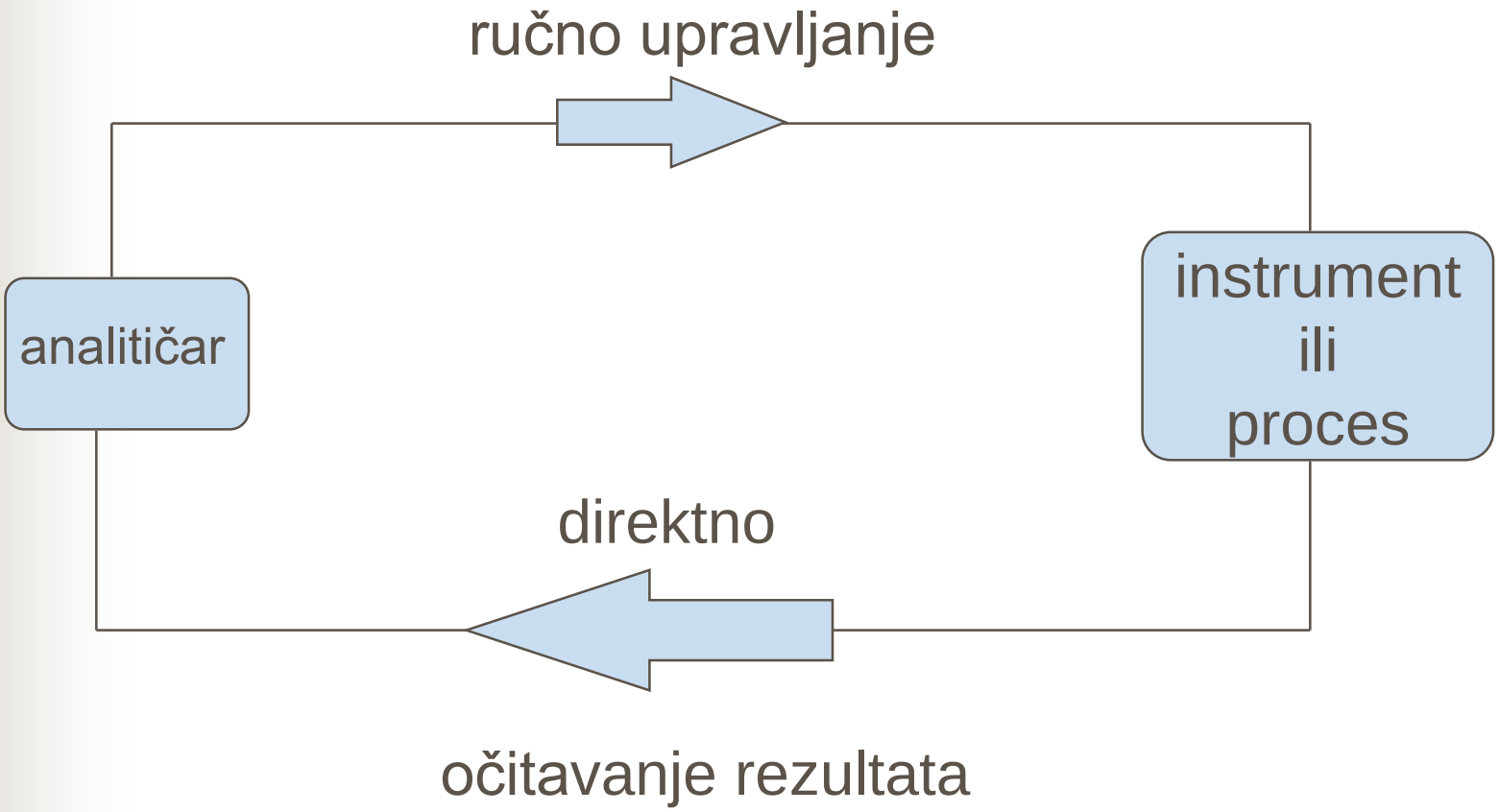
informacija je pospremljena kao vremenska ovisnost promjene signala


Signal Generator
Analytical Signal
Detector or Input Transducer
Transduced Signal
Electrical or Mechanical Signal
Signal Processor
Display Unit
Computer
Digital Readout
Chart Recorder
Meter
Digital Data
Analog Data

Pet generacija instrumenata

1. generacija

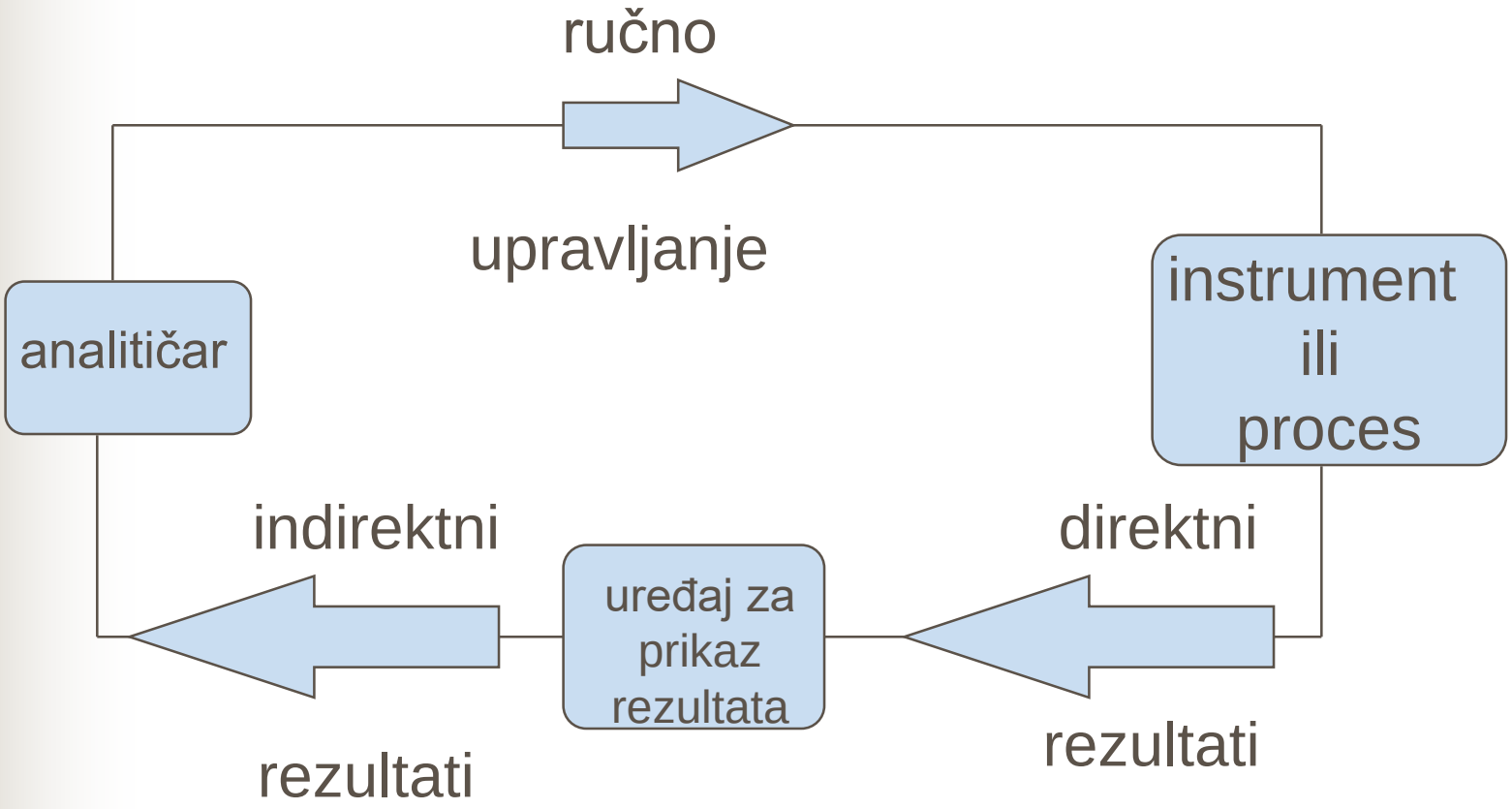
-ručna i vizualna interakcija između instrumenta i analitičara, npr. birete, mehaničke vage



2. generacija

-analitičar upravlja instrumentom preko gumba i prekidača a rezultati su prikazani na analognom -metru ili pisaču,

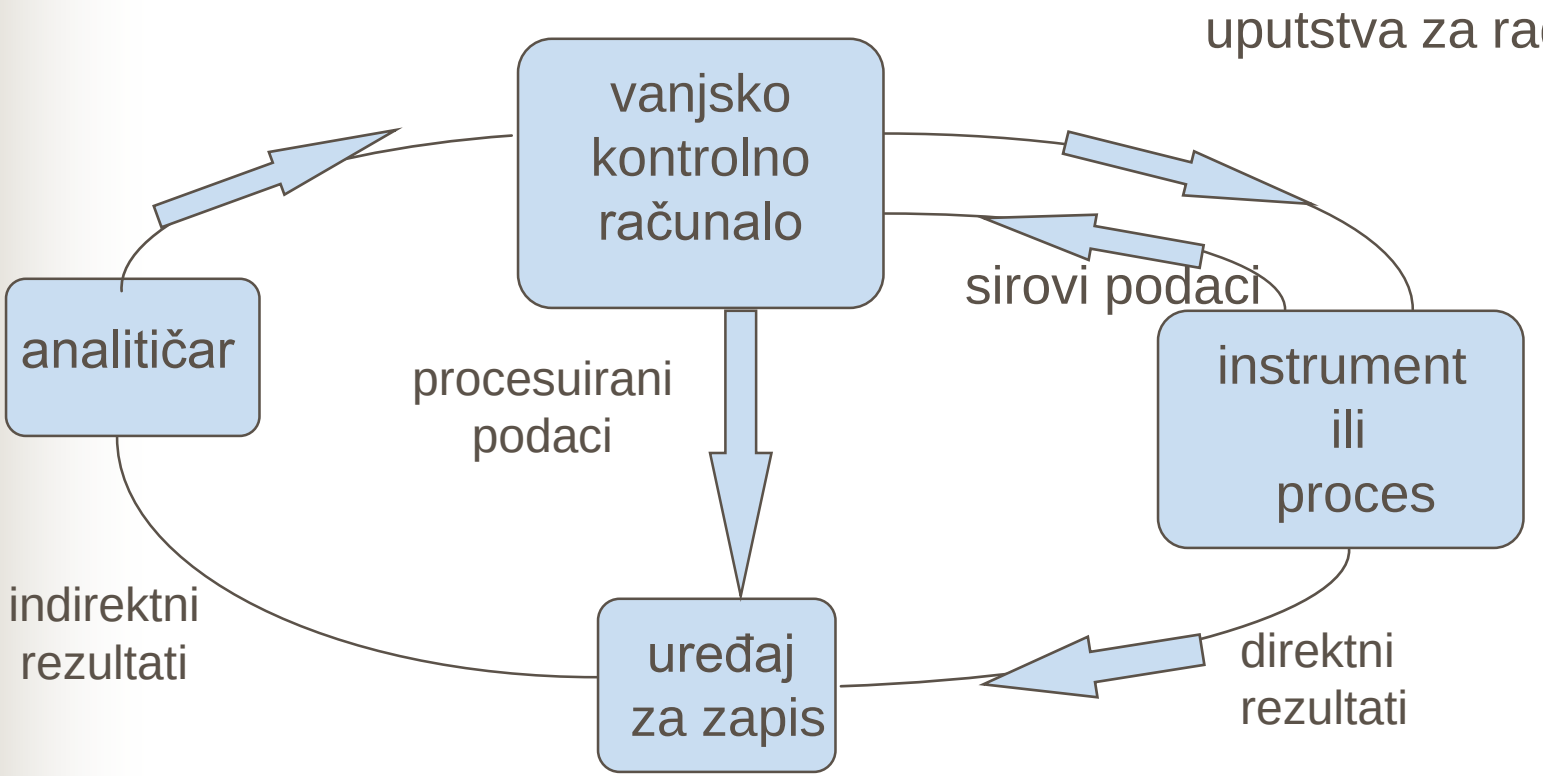
npr. spektrometar, pH-metar



3. generacija

- mikroračunala povezana s postojećim instrumentima za prikaz i obradu podataka,

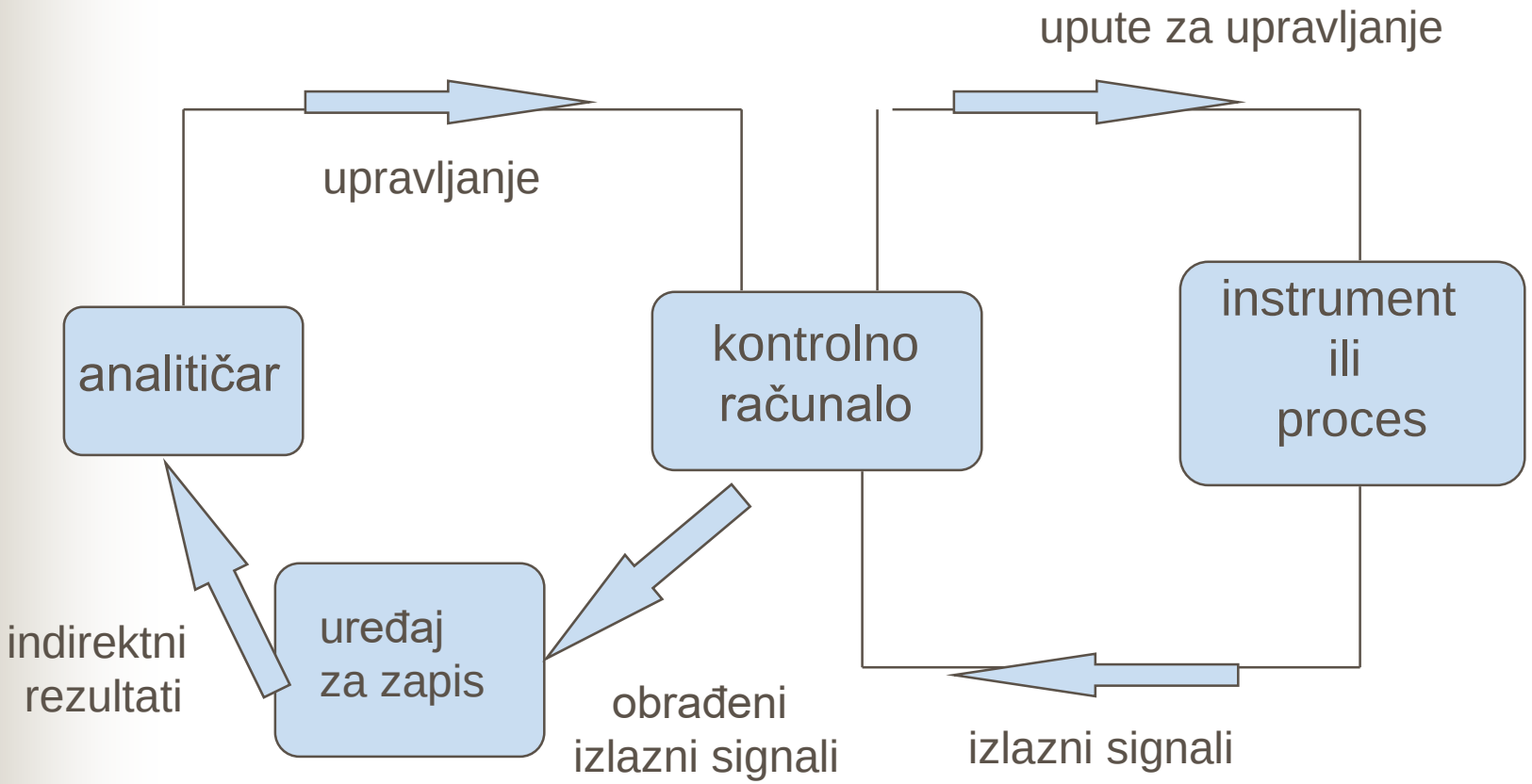
npr: osobno računalo povezano sa spektrometrom



4. generacija

-minijaturizirana računala kao integralne komponente (mikroprocesori)

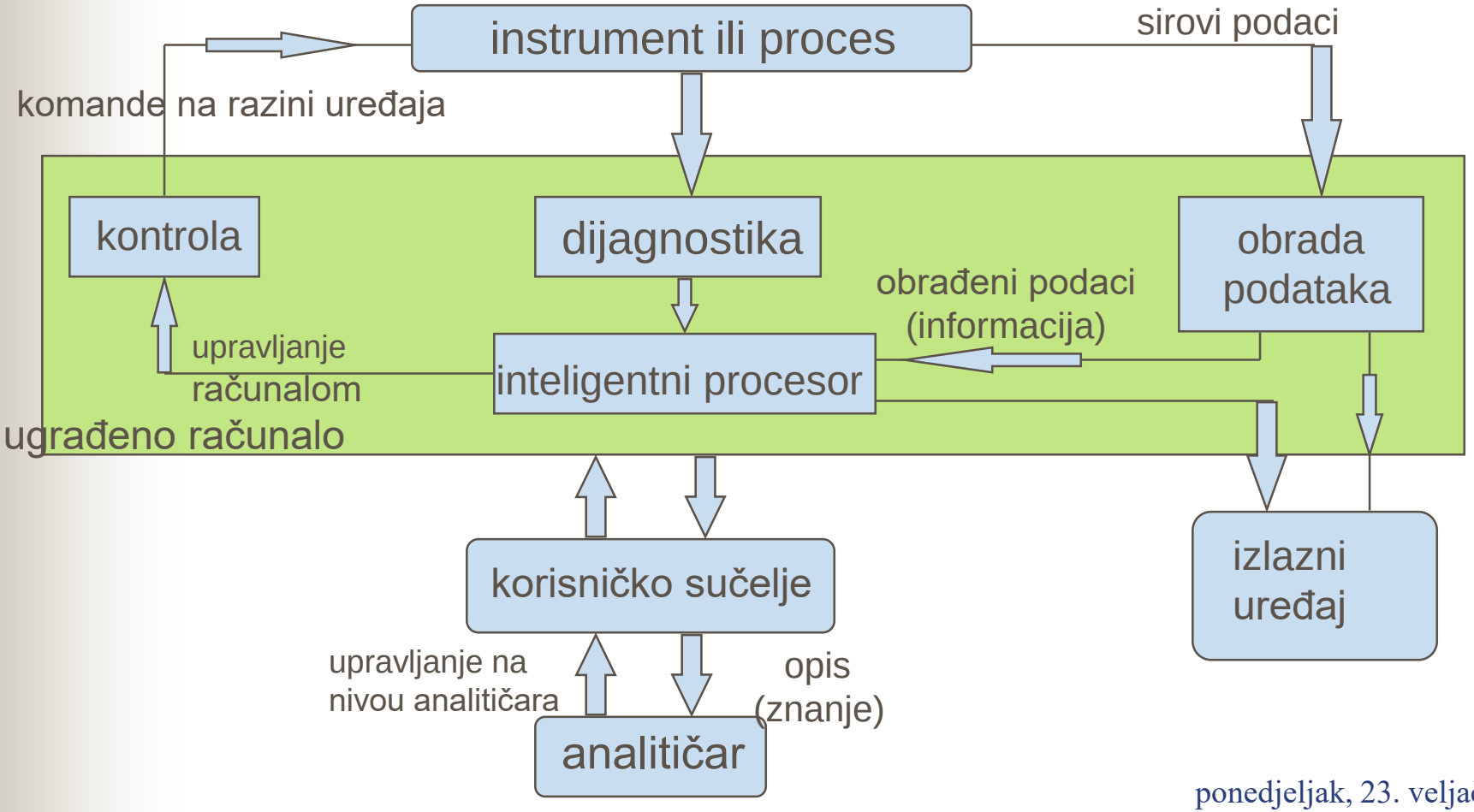
npr: spektrometar Iskra MA 5900, konduktometar Iskra MA



5. generacija

-namjenska računala

npr: Waters HPLC, HP 8452As and 8453As UV-Vis spektrometeri, Varian HPLC



Analitički rezultat i analitička informacija

- Analitički rezultat daje informaciju o prosječnom sastavu ispitnog uzorka.
- Analitička informacija govori o cjelini iz koje je uzet ispitni uzorak.



Nesigurnost analitičke informacije

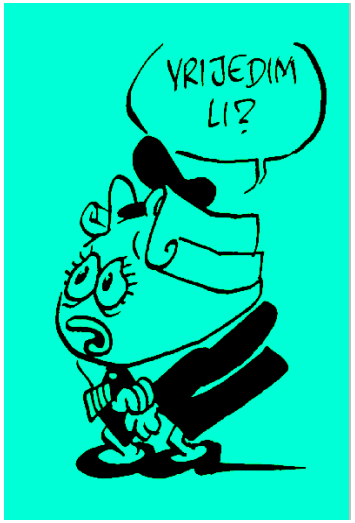
- Zbog stokastičnog karaktera analitičkog sustava analitička je informacija nesigurna.
- Zadaća je kemijske analize smanjiti tu nesigurnost na prihvatljivu razinu.



Validacija metodologije

Validacija se provodi u tri koraka:

- ✓Karakterizacija ispitnog postupka
- ✓Usporedba sa zahtjevima korisnika
- ✓Izjava o udovoljavanju zahtjevima



Validacija metode

- preciznost (slučajna pogreška)
- točnost (sustavna pogreška)
- linearnost
- granica određivanja
- granica dokazivanja
- robustnost
- selektivnost i specifičnost
- iskoristivost
- osjetljivost
- stabilnost
- učinak matice

Kada validirati?

- pri uvođenju nove metode ili modifikaciji postojeće
- nakon svake promjene ili većeg servisa instrumenta
- u određenim vremenskim razdobljima
- za nenormirane metode
- za metode razvijene u vlastitom laboratoriju
- kada se normirana metoda želi primijeniti izvan normiranog područja
- kada se normirana metoda upotrebljava u različitim laboratorijima ili je u istom laboratoriju izvode različiti analitičari različitim instrumentima

Validacija metode se provodi:

- međulaboratorijskim ispitivanjima
- usporedbom s analizom certificiranog materijala
- usporedbom s validiranom metodom
- usporedbom sa standardnim otopinama i uzorcima
- unutarlaboratorijskim ispitivanjima

VALIDACIJA MOŽE BITI POTPUNA, AKO SE ODREĐUJU SVE IZVEDBENE ZNAČAJKE METODE ILI DJELOMIČNA

Mjerna nesigurnost (izvori)

- uzorkovanje
- uvjeti čuvanja uzoraka
- čistoća reagensa
- instrumentacija
- uzorak
- obrada rezultata
- operater
- sporedni

Interval pouzdanosti za veliki broj mjerenja:

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{z\sigma}{\sqrt{n}}$$

Interval pouzdanosti za mali broj mjerenja:

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$$

Propisi i inicijative

- Workshop on Harmonization of Sampling and Analysis Methods for Heavy Metals, Organic Pollutants and Pathogens in Soil and Sludge, Stresa, Italy (2001.)

- Comparative Evaluation of European Methods for Sampling and Sample Treatment of Soil, European Communities (2001.)

Statistička obrada podataka – literatura

- M. Kaštelan-Macan, *Kemijska analiza u sustavu kvalitete*, Školska knjiga, Zagreb, 2003.
- B. Petz, *Osnovne statističke metode za nematematičare*, Udžbenici Sveučilišta u Zagrebu, 4. izdanje, Naklada Slap Jastrebarsko, 2002.
- *Internet adresa:* http://odin.chemistry.uakron.edu/analytical/Statistics/

KALIBRACIJA ili UMJERAVANJE

-postupak usporedbe mjernog sustava sa standardiziranim sustavom

-svrha kalibracije ili umjeravanja - ukloniti ili smanjiti pogrešku mjernog sustava

-rezultat kalibracijskog postupka:

1. **KALIBRACIJSKA ili UMJERNA KRIVULJA ili PRAVAC**

- za jednokomponentne sustave.

2. **KALIBRACIJSKA ili UMJERNA POVRŠINA**

- za višekomponentne sustave.

Analitičke metode:

Apsolutne - ne provodi se umjeravanje, temelje se na stehiometrijskom odnosu i kemijskoj reakciji (gravimetrija, titrimetrija, elektrogravimetrija, termogravimetrija, kulometrija)

Usporedbene metode – za sve ostale instrumentalne metode provodi se umjeravanje

Interferencije
- utjecaj instrumenta
- prisutne u standardnoj otopini
- prisutne u nepoznatom uzorku

➢VALIDACIJA:

Izvedbene značajke metode
(točnost, preciznost, linearnost, stabilnost analita i standardnih otopina, selektivnost i specifičnost, učinak matice, granica kvantifikacije, granica dokazivanja, otpornost metode, radno područje, osjetljivost metode, iskoristivost)

Izvedbene značajke instrumentalnih metoda
(- za kvalitetu kalibracijskog ili umjernog postupka - selektivnost, osjetljivost, preciznost, granica kvantifikacije)

Selektivnost - SEL

- omjer signala koji potječe od analita *r*” i ukupnog odziva *r*

$$SEL = r'' / r$$

(bezdimenzijska veličina s vrijednostima od 0 – 1)

Osjetljivost - *b*

- promjena odziva instrumenta s promjenom koncentracije analita

$$b = Dr / Dc$$

(nagib regresijskog pravca)

Preciznost instrumenta

- vezuje se uz omjer signala i šuma

$$\text{signal / šum} = r / s_r$$

r – signal analita, s_r – standardno odstupanje ponovljenih mjerenja

Preciznost analize

- definira se kao minimalna razlika između dviju koncentracija koja se može razlikovati od učinka slučajne instrumentalne pogreške:
  - granica detekcije – najmanja moguća koncentracija analita koja se može detektirati ali ne i kvantitativno odrediti
  - granica kvantifikacije - najmanja moguća koncentracija analita koja se može odrediti uz dopuštenu pogrešku

KALIBRACIJSKI ili UMJERNI POSTUPCI

1. METODA VANJSKOG STANDARDA

2. METODA STANDARDNOG DODATKA

3. METODA UNUTARNJEG STANDARDA

1. METODA VANJSKOG STANDARDA

- utjecaj matice zanemariv i ne ovisi o koncentraciji analita
- nužna je stabilnost instrumenata

Kalibracijski ili umjerni ili baždarni dijagram
- pripremi se niz standardnih otopina i očita odziv instrumenta ovisno o njihovoj koncentraciji
- priprema standardnih otopina – sustavna pogreška (analitičar, instrument)
- standardne otopine moraju pokrivati cijelo koncentracijsko područje

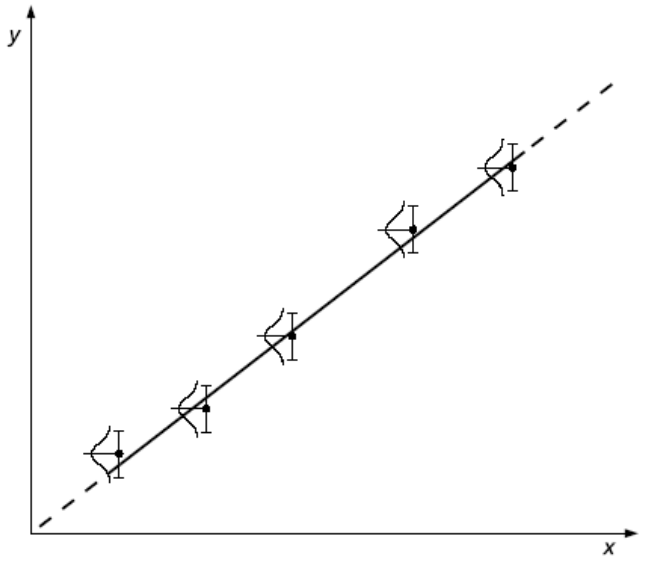
- primjer: kod spektrofometrijskih mjerenja kao odziv instrumenta očitava se apsorbancija-linearna ovisnost koncentracije o apsorbanciji (Lambert-Beer)

$$\log I_0 / I = A = \varepsilon \cdot c \cdot b$$

- nije uvijek pravac i nije ga dobro proizvoljno povlačiti između dobivenih točaka

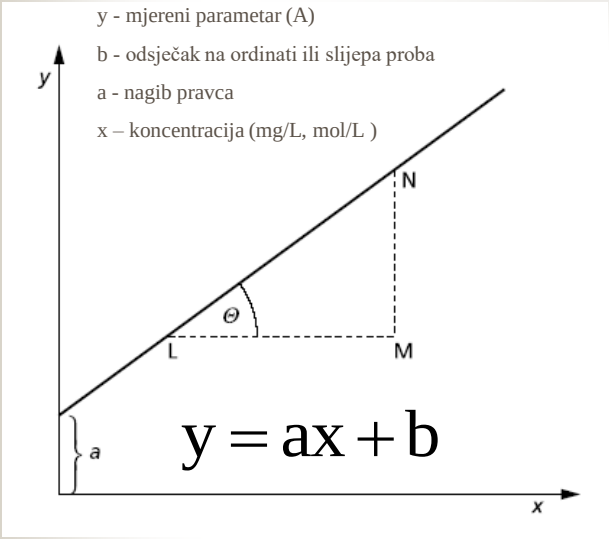
ZAŠTO?

- očitavanje apsorbancije s tri značajne znamenke što je grafički nemoguće prenijeti na ograničeni prostor baždarnog dijagrama
- rasipanje instrumentalnih odziva oko pravca (očitani signal je samo jedan od mogućih odziva instrumenta za mjerenu koncentraciju)
- jednadžbu pravca izračunati linearnom regresijom tj. metodom najmanjih kvadrata



Normalna razdioba mogućih odziva instrumenta za svaku mjerenu koncentraciju

Linearna ovisnost analita i odziva instrumenta



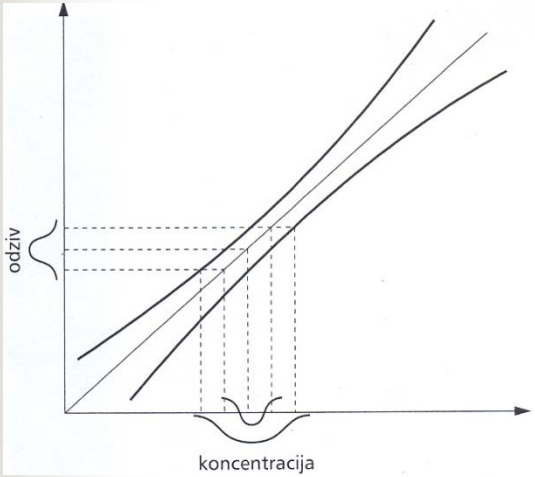
Baždarni pravac koji ne prolazi kroz ishodište

-**slijepa proba** – odziv instrumenta kada nije prisutan analit u uzorku

-odsječak na ordinati može biti pozitivan, negativan ili jednak ništici

-sustavna pogreška ako nakon oduzimanja slijepe vrijednosti ostaje i dalje odsječak na ordinati

-ako nema sustavne pogreške **y = ax**



Mjerna nesigurnost oko regresijskog pravca

-izračunamo **standardno odstupanje** u svakoj točci

-slučajna pogreška najmanja u sredini (**interval pouzdanosti**)

-povećanje broja kalibracijskih točaka (ne više od 6)

-više od jedanput mjeriti svaku koncentraciju

- **regresijska analiza** - statistička metoda određivanja jednadžbe koja najbolje pokazuje mjerne podatke

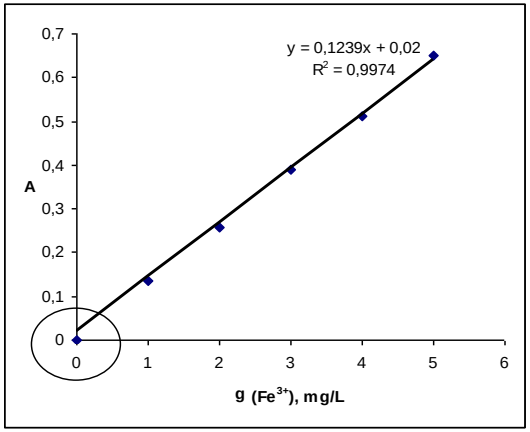
- **optimalni uvjeti** – jednadžba dobro pokazuje odnos ulaznih i izlaznih veličina

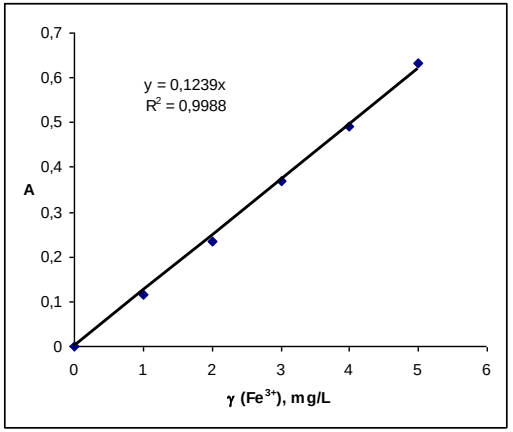
SPEKTROFOTOMETRIJSKO ODREĐIVANJE ŽELJEZA

γ (Fe^{3+}) = 10 mg/L (standardna otopina)
Koncentracijsko područje 0 - 5 mg/L
A (slijepe probe) = 0,020

Vrijednosti apsorbancija za određene početne koncentracije standardnih otopina Fe^{3+}-iona

V(Fe^{3+}), mL	γ (Fe^{3+}), mg/L	Apsorbancija			
		A_1	A_2	A_3	A(sr.)
2,5	1	0,136	0,137	0,136	0,136
5,0	2	0,256	0,255	0,257	0,256
7,5	3	0,389	0,389	0,389	0,389
10,0	4	0,511	0,510	0,511	0,511
12,5	5	0,651	0,651	0,650	0,651





Baždarni dijagrami za standardne otopine Fe^{3+}-iona

2. METODA STANDARDNOG DODATKA

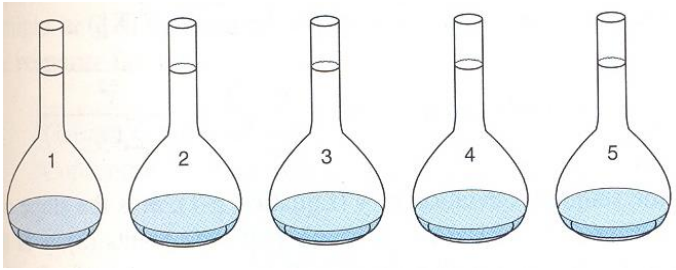
- kalibracija i mjerenje unutar iste matice
- upotrebljava se kada je utjecaj matice na određivanje analita znatan
- smanjuje se pogreška od interferencija jer se standard i analit nalaze u istoj matici
- koncentracije analita u uzorku vrlo blizu granice kvantifikacije

ODREĐIVANJE Cd^{2+} ATOMSKOM APSORPCIJSKOM SPEKTROMETRIJOM (AAS)

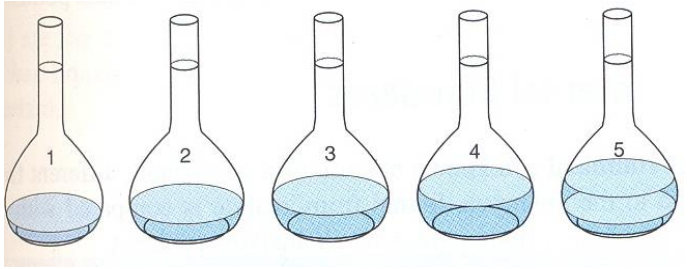
$\gamma(Cd^{2+})$ = 10 mg/L (standardna otopina, SO)

Priprema otopina:

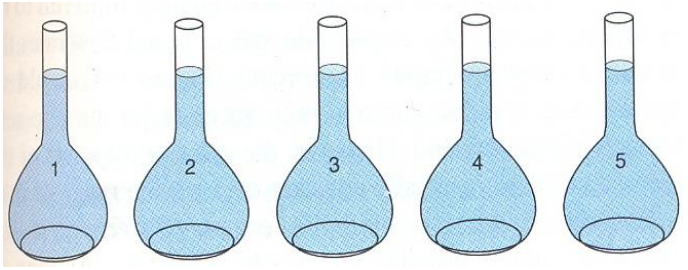
1. u svaku tikvicu staviti isti alikvot analita



2. dodati određeni alikvot standardne otopine kadmija



3. nadopuniti tikvice do oznake otapalom (H_2O)

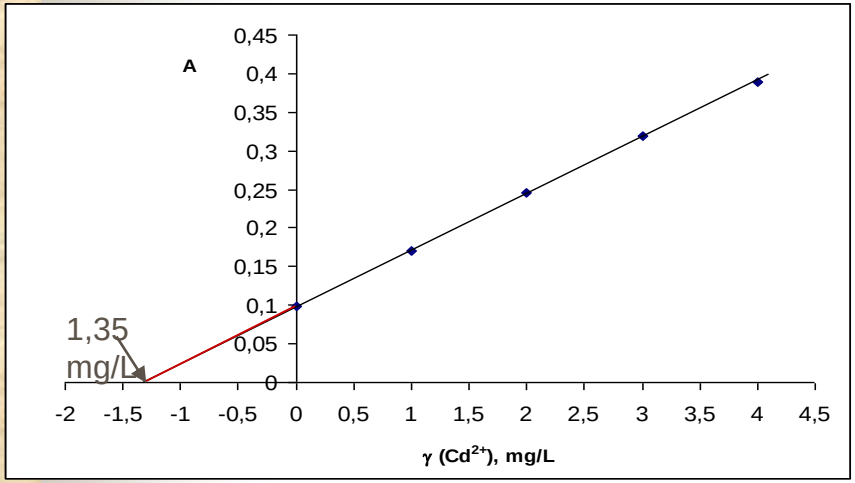


Vrijednosti volumena, koncentracija i apsorbancija za određivanje kadmija AAS-om

V (uzorka) mL	*V*(SO) mL	*V* (ukupni) mL	γ (SO) mg/L	*A*
5	0	50	0	0,099
5	5	50	1	0,171
5	10	50	2	0,245
5	15	50	3	0,319
5	20	50	4	0,389

$$\gamma = \gamma(\mathrm{SO}) \cdot V(\mathrm{SO}) / V(\mathrm{ukupni})$$

$$\gamma_1 = 10\ \mathrm{mg/L} \cdot 5\ \mathrm{mL} / 50\ \mathrm{mL} \Rightarrow \gamma_1 = 1\ \mathrm{mg/L}$$



Baždarni dijagram za kadmij dobiven metodom standardnog dodatka

Grafičko određivanje koncentracije kadmija u nepoznatom uzorku

1,35 mg/L · 50,0 / 5,00 = 13,5 mg/L

Metodom standardnog dodatka iz sličnosti trokuta moguće je izračunati koncentraciju analita u nepoznatom uzorku:

$$\text{tg } \alpha = \frac{A}{\gamma} = \frac{A_1}{\gamma + \gamma_1} = \frac{A_2}{\gamma + \gamma_2}$$

$$\gamma' = \frac{\gamma_1 \times A}{A_1 - A} \qquad \gamma'' = \frac{\gamma_2 \times A}{A_2 - A} \qquad \bar{\gamma} = \frac{\gamma' + \gamma''}{2}$$

γ' i γ'' = *masene koncentracije analita nepoznate otopine uzorka iz dva mjerenja*

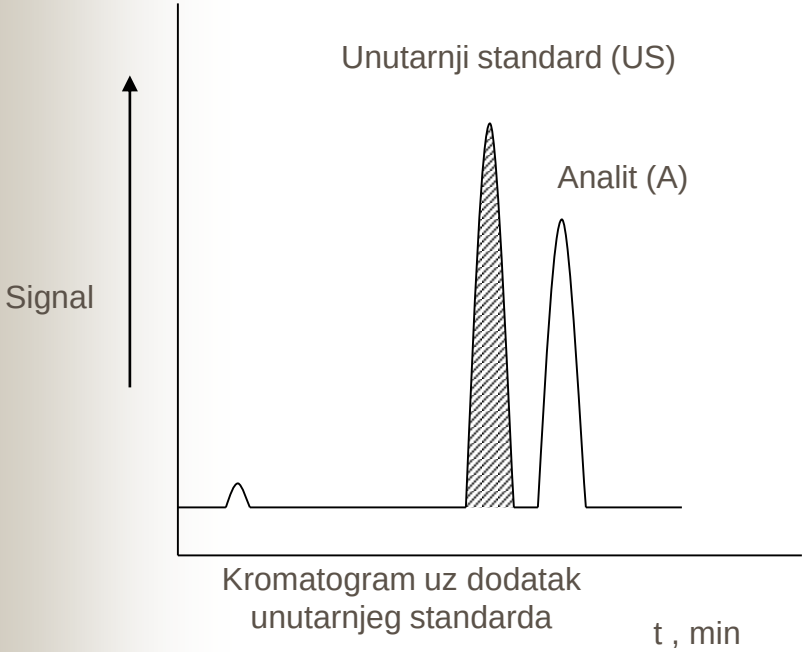
$\bar{\gamma}$ = masena koncentracija analita u nepoznatom uzorku
(srednja vrijednost dva mjerenja uz standardni dodatak)

3. METODA UNUTARNJEG STANDARDA

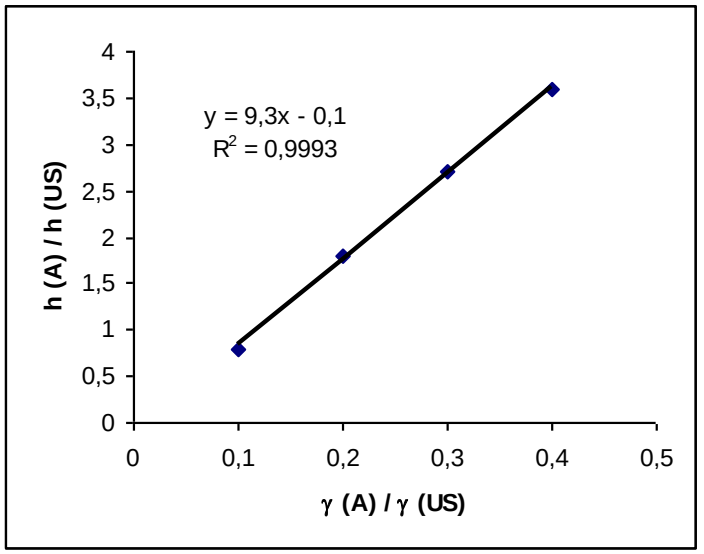
- **Unutarnji standard** – tvar dodana uzorku, slijepoj probi i standardnim otopinama
  - koncentracija unutarnjeg standarda je konstantna i poznata
  - vrijednost signala koji odgovara unutarnjem standardu je poznata
- **Korištenje metode** – osjetljivost instrumentalne metode promjenljiva s vremenom
  - znatan utjecaj matice na signal analita
  - gubitak uzorka za vrijeme određivanja
  - nestabilnog rada instrumenta

(kromatografija, emisijska spektrometrija, rendgenska difrakcija)

- signal unutarnjeg standarda (US) mjeri se zajedno sa signalom analita (A)
- površine ispod krivulje za analit i unutarnji standard proporcionalne su koncentraciji
- iste koncentracije A i US , površine različite



Kromatogram uz dodatak unutarnjeg standarda



Kalibracija metodom unutarnjeg standarda

Omjer odziva F – odnos površina ispod krivulja za iste koncentracije A i US.

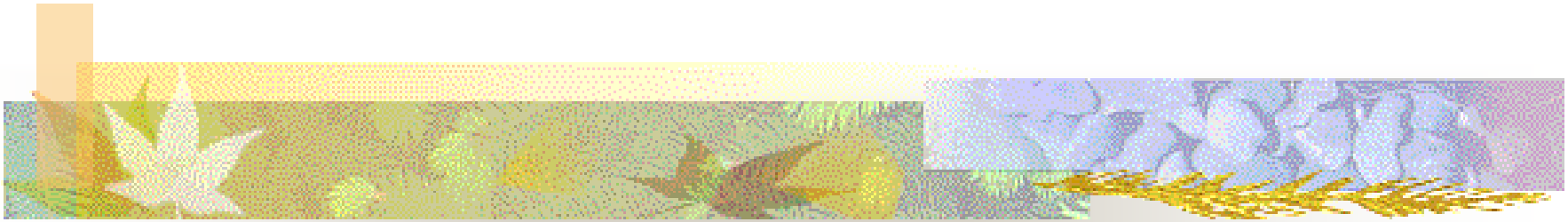
$$F = \text{signal A} / \text{signal US}$$

za različite koncentracije

$$\text{signal A} / \text{signal US} = F \cdot [A] / [US]$$

Omjer odziva F je nagib pravca i daje osjetljivost postupka!!!

Materijali za predavanja i vježbe te sve potrebne obavijesti nalazit će se na adresi:



http://www.fkit.unizg.hr

Karakterizacija materijala